

UNIVERSIDADE DE CAXIAS DO SUL
PRÓ-REITORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO E PESQUISA
COORDENADORIA DE PÓS-GRADUAÇÃO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM MATERIAIS

ESTUDO DE VARIÁVEIS DE COMPOSIÇÃO E PROCESSO PARA
CONTROLE DA COMPRESSIBILIDADE

ADEMIR REUS MENETRIER

ORIENTADORES: PROF. FRANK MISSELL, Ph. D.

PROF. MARCOS ROBERTO SOARES, Ph. D.

Caxias do Sul, 2006.

Estudo de Variáveis de Composição e Processo para Controle da Compressibilidade.
“Dissertação apresentada ao Programa de Mestrado em Materiais da Universidade de
Caxias do Sul, visando à obtenção do grau de Mestre em Materiais”, com a orientação do
Prof. Frank Missell, Ph D, e a co-orientação do Prof. Marcos Roberto Soares, Ph D.

Caxias do Sul, 2006.
Ademir Reus Menetrier

Estudo de Variáveis de Composição e Processo para Controle da Compressibilidade.
“Dissertação apresentada ao Programa de Mestrado em Materiais da Universidade de
Caxias do Sul, visando à obtenção do grau de Mestre em Materiais”, com a orientação do
Prof. Frank Missell, Ph D, e a co-orientação do Prof. Marcos Roberto Soares, Ph D;

“DISSERTAÇÃO APROVADA EM 11 DE DEZEMBRO DE 2006”

PROF. Frank Missel, Ph D, UCS

PROF. Marcos Roberto Soares, Ph D, UCS

PROF. Hazim Ali Al-Qureshi, Ph D, UFSC

PROF.^a Regina Célia Reis Nunes, Ph D, UFRJ

PROF. Rodrigo Zeilmann, Ph D, UCS

Dedico esta dissertação a minha esposa Maria Inês e meus filhos Arthur e Vinicius, pelo amor, paciência e compreensão na execução deste trabalho.

A meus pais Arthur e Nilza pela dedicação e educação.

Agradecimentos

Ao Prof. Frank Missell, Ph D, e ao Prof. Marcos Roberto Soares, Ph D, pelas orientações e contribuições essenciais a este trabalho.

Meus agradecimentos à empresa Fras-le pela oportunidade profissional e colaboração para com a realização deste trabalho.

A todos os colegas do Centro de Pesquisa da Fras-le, em especial ao pessoal dos Laboratórios Piloto, Físico e Químico pela ajuda na realização das amostras e análises.

Enfim, os meus sinceros agradecimentos a todos aqueles que, de alguma forma, acreditaram e incentivaram a condução deste trabalho, o qual possibilitou uma grande realização pessoal e profissional.

SUMÁRIO

LISTA DE FIGURAS	viii
LISTA DE TABELAS	xi
LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS	xii
RESUMO	xiv
ABSTRACT	xv
1 – INTRODUÇÃO	1
2 – REVISÃO BIBIOGRÁFICA	3
2.1 Histórico	3
2.2 Tribologia	4
2.3 Compósitos	4
2.4 Lei das misturas	5
2.5 Materiais de atrito	6
2.5.1 Aglomerantes	7
2.5.2 Fibras de reforço	7
2.5.3 Modificadores de atrito	8
2.5.3.1 Lubrificantes	9
2.5.3.2 Abrasivos	9
2.5.4 Cargas	10
2.6 Processos de fabricação	10
2.7 Propriedades dos materiais de atrito	13
3 – MATERIAIS E MÉTODOS	15
3.1 Materiais	15
3.1.1 Processo de preparação das amostras	15
3.2 Propriedades e equipamentos usados nas medições experimentais	17
3.2.1 Dureza Rockwell R	17
3.2.2 Densidade específica	18
3.2.3 Compressibilidade	18
3.2.4 Força máxima de flexão em três pontos	19
3.2.5 Ensaio Chase	20
3.3 Projeto experimental	22

3.3.1 Planejamento experimental fatorial completo (2^k)	23
3.3.2 Planejamento experimental fatorial fracionado (2^{k-1})	24
3.3.3 Cálculo efeitos utilizando a matriz de contraste	26
3.3.4 Estimativa do erro experimental	27
3.3.5 Identificação e escolha das variáveis	28
4 – RESULTADOS E DISCUSÕES	30
4.1 Experimentos exploratórios	30
4.2 Delineamento de experimentos fracionado – DOE 1	33
4.3 Delineamento de experimentos completo – DOE 2	47
4.4 Delineamento de experimentos completo – DOE 3	60
5 – CONCLUSÕES	76
6 PRÓXIMOS PASSOS	79
7 – REFERÊNCIAS BIBIOGRAFICAS	80
8 – ANEXOS	83

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 – Platôs de contato vistos na superfície de uma pastilha NAO.	8
Figura 2 – Pastilha para freio a disco.	11
Figura 3 – Fluxograma típico do processo de produção de pastilhas para freio a disco.	12
Figura 4 – Misturador empregado na homogeneização do material.	16
Figura 5 – Molde para conformação a quente.	16
Figura 6 – Durômetro Rockwell R (HRR).	17
Figura 7 – Máquina de compressibilidade.	19
Figura 8 – Máquina de ensaio universal.	19
Figura 9 – Máquina Chase.	20
Figura 10 – Faixa de coeficiente de atrito característico de matérias do tipo NAO no ensaio SAE J661a.	21
Figura 11 – Estágios de evolução do planejamento de experimentos.	22
Figura 12 – Gráfico normal da densidade especifica x fatores significantes – DOE 1.	38
Figura 13 – Gráfico da variação da densidade especifica em função da mudança do tipo de fibra metálica – DOE 1.	39
Figura 14 – Gráfico da variação da densidade especifica em função dos níveis de pressão de conformação a quente – DOE 1.	39
Figura 15 – Gráfico normal da dureza HRR x fatores significantes – DOE 1.	40
Figura 16 – Gráfico da variação da dureza HRR em função dos níveis de percentual de resina – DOE 1.	41
Figura 17 – Gráfico normal da compressibilidade a frio x fatores significantes – DOE 1.	42
Figura 18 – Gráfico da variação da compressibilidade a frio em função dos níveis de percentual de resina – DOE 1.	42
Figura 19 – Gráfico da variação da compressibilidade a frio em função da temperatura do molde – DOE 1.	43
Figura 20 – Gráfico normal da força máxima de flexão em três pontos x fatores significantes – DOE 1.	44
Figura 21 – Gráfico da variação da força máxima de flexão em três pontos em função dos níveis de percentual de resina – DOE 1.	44

Figura 22 – Gráfico da variação da força máxima de flexão em três pontos em função do tipo de fibra metálica – DOE 1.	45
Figura 23 – Gráfico do ensaio SAE J661a – Experimentos do DOE 1.	46
Figura 24 – Gráfico normal da densidade específica x fatores significantes – DOE 2.	50
Figura 25 – Gráfico da variação da densidade específica em função da mudança do tipo de fibra metálica – DOE 2.	51
Figura 26 – Gráfico normal da dureza HRR x fatores significantes – DOE 2.	52
Figura 27 – Gráfico da variação da dureza HRR em função dos níveis de percentual de resina – DOE 2.	52
Figura 28 – Gráfico normal da compressibilidade a frio x fatores significantes – DOE 2.	53
Figura 29 – Gráfico da variação da compressibilidade a frio em função dos níveis de percentual de resina – DOE 2.	54
Figura 30 – Gráfico da variação da compressibilidade a frio em função da temperatura do molde – DOE 2.	55
Figura 31 – Gráfico da variação da compressibilidade a frio em função da interação dos fatores percentual de resina e temperatura do molde – DOE 2.	56
Figura 32 – Gráfico normal da força máxima de flexão em três pontos x fatores significantes – DOE 2.	57
Figura 33 – Gráfico da variação da força máxima de flexão em três pontos em função do tipo de fibra metálica – DOE 2.	58
Figura 34 – Gráfico da variação da força máxima de flexão em três pontos em função dos níveis de percentual de resina – DOE 2.	58
Figura 35 – Gráfico do ensaio SAE J661a – Experimentos do DOE 2.	59
Figura 36 – Gráfico normal da densidade específica x fatores significantes – DOE 3.	64
Figura 37 – Gráfico da variação da densidade específica em função da fluidez da resina – DOE 3.	64
Figura 38 – Gráfico normal da dureza HRR x fatores significantes – DOE 3.	65
Figura 39 – Gráfico da variação da dureza HRR em função dos níveis de percentual de resina – DOE 3.	66
Figura 40 – Gráfico da variação da dureza HRR em função da fluidez da resina – DOE 3.	67

Figura 41 – Gráfico normal da compressibilidade a frio x fatores significantes – DOE 3	68
Figura 42 – Gráfico da variação da compressibilidade a frio em função do percentual de resina – DOE 3.	69
Figura 43 – Gráfico da variação da compressibilidade a frio em função da fluidez da resina – DOE 3.	70
Figura 44 – Gráfico da variação da compressibilidade a frio em função da temperatura do molde – DOE 3.	71
Figura 45 – Gráfico da variação da compressibilidade a frio em função da interação dos fatores percentual de resina e a fluidez da resina – DOE 3.	72
Figura 46 – Gráfico normal da força máxima de flexão em três pontos x fatores significantes – DOE 3.	72
Figura 47 – Gráfico da variação da força máxima de flexão em três pontos em função do percentual de resina – DOE 3.	73
Figura 48 – Gráfico do ensaio SAE J661a – Experimentos do DOE 3.	74

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Propriedades dos materiais de atrito consideradas para desenvolvimento	14
Tabela 2 – Fatores e níveis para construção do planejamento de experimentos	28
Tabela 3 – Respostas e métodos	29
Tabela 4 – Primeira experiência: parâmetros x compressibilidade	30
Tabela 5 – Segunda experiência: parâmetros x compressibilidade	31
Tabela 6 – Terceira experiência: parâmetros x compressibilidade	32
Tabela 7 – Fatores e níveis relacionados à composição e processo – DOE 1	34
Tabela 8 – Delineamento de experimentos 1	35
Tabela 9 – Matriz para cálculo dos efeitos – DOE 1	37
Tabela 10 – Fatores e níveis relacionados à composição e processo – DOE 2	47
Tabela 11 –. Delineamento de experimentos 2	48
Tabela 12 – Matriz para cálculo dos efeitos – DOE 2	49
Tabela 13 – Fatores e níveis relacionados à composição e processo – DOE 3	61
Tabela 14 – Delineamento de experimentos 3	62
Tabela 15 – Matriz para cálculo dos efeitos – DOE 3	63

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ABNT – Associação Brasileira de Normas Técnicas

β - eficiência da fibra de reforço.

CCC – “carbon carbon composites”.

cm³– centímetro cúbico.

CMC – “ceramic matrix composites”.

DOE – delineamento de experimento.

γ – é função da razão entre a tensão de cisalhamento na interface matriz/partícula e a tensão de cisalhamento da matriz.

g – grama.

HRR – dureza Rockwell R.

ISO – International Organization for Standardization

J – significância do fator.

λ – eficiência do recobrimento das fases presentes no compósito por parte da matriz.

m – massa da amostra medida na condição normal (ar).

m_a – massa da amostra medida imersa na água.

MMC – “metal matrix composites”.

MPa – Megapascal

N – Newton

NAO – “non asbestos organic”.

NBR – Norma Brasileira.

P_c – propriedade mecânica em questão do compósito.

P_f – propriedade mecânica em questão da fibra.

P_m – propriedade mecânica em questão da matriz.

PMC – “polymer matrix composites”.

P_p – propriedade mecânica em questão da partícula.

RPM – Rotações por minuto.

S – erro experimental característico ou erro padrão característico.

SAE – Society of Autotive Engineers.

S_i^2 – variância do i-ésimo ensaio.

t – valor do ponto de distribuição de Student.

v_f – fração volumétrica da fase fibra.

v_i – número de graus de liberdade de S_i^2

v_m – fração volumétrica da fase matriz.

v_p – fração volumétrica da fase partícula.

y – vetor coluna que representa a variável de resposta.

$\bar{y}_{(+)}$ – média das respostas no nível superior.

$\bar{y}_{(-)}$ – média das respostas no nível inferior.

x_c^A – vetor coluna transposto, que representa a fator A.

$^{\circ}\text{C}$ – graus Celsius.

ρ – densidade do material.

μm – micrometro.

RESUMO

Pastilhas de freio para sistemas de freios automotivos correspondem a um dos materiais compósitos mais complexos já que eles contêm muitos componentes, cada qual com uma grande variedade de propriedades físicas e químicas. Esta natureza multi-fase é necessária para satisfazer a grande variedade de demandas relativas à performance. As condições de processamento também possuem grande influência nas propriedades deste complexo compósito. As pastilhas de freio usadas neste trabalho foram sem amianto do tipo semi-metálica contendo muitos elementos, incluindo resina fenólica, fibra de reforço, lubrificantes sólidos, abrasivos e cargas. Este trabalho tem como objetivo principal esclarecer a influência entre as variáveis de processo e de composição nas propriedades de compressibilidade a frio, densidade, dureza, flexão e coeficiente de atrito. Para isso foram utilizados planejamentos de experimentos fracionados e completos. O planejamento de experimentos fracionado, 2^{5-1} , indicou que a quantidade de resina fenólica e a temperatura do molde são os fatores mais significativos para a compressibilidade. O planejamento de experimentos completo, 2^4 , mostrou mais uma vez, que a quantidade de resina e a temperatura do molde, bem como as suas interações, são fatores significativos na determinação da compressibilidade. O terceiro planejamento de experimentos, 2^3 , concentrou-se nas propriedades da resina, já que a mesma mostrou-se muito influente na determinação das propriedades dos materiais de atrito. Os resultados mostraram que é possível controlar as propriedades tribológicas e a compressibilidade das pastilhas de freio dentro de certa escala de valores. Assim, este trabalho mostra que é possível aplicar técnicas estatísticas para racionalizar o projeto de materiais de atrito.

Palavras-chave: materiais de atrito, sistema de freio, compressibilidade, DOE.

ABSTRACT

Brake pads for automotive brake systems represent one of the most complex composite materials since they contain many components with widely varying physical and chemical properties. This multiphase nature is necessary to satisfy a wide variety of performance related demands. Processing conditions also have a major influence on the properties of these complex composites. Brake pads used in these studies were semi-metallic non-asbestos friction materials containing many different ingredients, including phenolic resin, reinforcing fibers, solid lubricants, abrasives and fillers. In this work, the influence of composition and process parameters on the compressibility, density, hardness, flexure strength and coefficient of friction were investigated. The designs of experiments selected for this study were fractional and full varieties. In the initial fractional design of experiments, we found both the quantity of resin and the mold temperature to be dominant influences on the compressibility. A full design of experiments again indicated that the quantity of resin and mold temperature, as well as their interaction, are the dominant players in determining the compressibility. A third design of experiments concentrated on the resin properties since this factor was the most influential in determining the properties of friction materials. The results show that it is possible to control both the tribological properties and the compressibility of the pads within a rather large range of values. Thus, the work shows that it is possible to use statistical methods to rationalize brake pad design.

Key words: brake system, compressibility, DOE, friction materials.

1 – INTRODUÇÃO

Materiais compósitos são atrativos sempre que uma aplicação requer uma série de propriedades e uma performance específica que não pode ser satisfeita por um material monolítico. Os compósitos são muitas vezes favorecidos pelo aumento das possibilidades micro estruturais que podem ser feitas sob medida para atender as necessidades específicas de uma aplicação em particular [1].

Os materiais de atrito de automóveis e de veículos pesados são tipicamente constituídos por mais de doze diferentes constituintes, combinando as fases polimérica, metálica e cerâmica. Suas características de desempenho incluem resistência ao desgaste, coeficiente de atrito estável a altas temperaturas, boa resistência mecânica, ausência de ruído, baixo coeficiente de expansão térmica, baixo custo e baixo impacto ambiental. Durante as últimas duas décadas um esforço muito grande vem sendo feito em relação à performance do material de atrito nos sistemas de freio automotivos [2, 3].

O passo mais importante do processo produtivo de pastilhas para freio a disco é o processo de conformação sendo crucial para as propriedades físicas. O processo de moldagem consiste em compactar a mistura do material de atrito sob condições específicas de pressão, tempo de conformação e temperatura [4]. Neste contexto a compressibilidade, que se refere à consolidação característica do material sob certa condição de carga assume papel muito importante, correlacionando-se com um grande número de propriedades tribológicas e mecânicas do material de atrito.

A busca de soluções visando desenvolver materiais de atrito com compressibilidade adequada a cada sistema de freio ou veículo, tem sido o motivo de busca constante de todas as áreas do conhecimento envolvidas com este tipo de assunto. Isto traz à tona a necessidade de se melhor compreender, não apenas os efeitos da maior ou menor compressibilidade de uma determinada pastilha de freio, mas de se buscar o entendimento e controle dos fatores que governam a compressibilidade dos materiais de atrito.

O objetivo geral deste trabalho é contribuir para o melhor entendimento das relações entre as variáveis de processo e de composição com a compressibilidade dos materiais de atrito, e com isso colaborar para o avanço no conhecimento da compressibilidade dos materiais de atrito, com ênfase na melhoria de suas propriedades tribológicas.

Como objetivos específicos têm-se: estabelecer intervalos de variações para controle de especificações de matérias-primas e processo de fabricação; consolidar o uso de métodos

estatísticos no projeto de materiais de atrito; e estudar os mecanismos para redução da variabilidade da compressibilidade dos materiais de atrito.

Essa dissertação contempla 7 capítulos, sendo o capítulo 1 relativo à introdução do assunto, apresentação dos objetivos e da estrutura do trabalho.

O capítulo 2 apresenta uma revisão bibliográfica objetivando dar embasamento e uniformidade aos conceitos utilizados na dissertação, enfocando prioritariamente a composição, os processos de fabricação e as propriedades dos materiais de atrito.

O capítulo 3 é dedicado ao tema materiais e métodos. Nele são apresentados os materiais e o processo usados na preparação das amostras, bem como as propriedades e equipamentos empregados para analisar as respostas: densidade específica, dureza Rockwell R, compressibilidade a frio, força máxima na flexão em três pontos e o coeficiente de atrito. Por último é apresentado o projeto experimental, com seus estágios de evolução lógica.

No capítulo 4 são apresentados e discutidos os resultados obtidos nos ensaios realizados.

O capítulo 5 apresenta as conclusões da dissertação, com sugestões para trabalhos futuros. As conclusões refletem de forma concisa as observações realizadas durante o capítulo 4. Na seqüência deste capítulo está o capítulo 6, as sugestões para os próximos passos, capítulo 7, as referências bibliográficas e o capítulo 8, os anexos da dissertação.

2 – REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

2.1 Histórico

Primitivamente os materiais de atrito usados como freios consistiam de pedaços de madeira ou couro. A tecnologia emergente da estrada de ferro no século 19 exigiu materiais de atrito para atuar sob altas cargas e altas velocidades. Nos anos de 1870 foram realizadas experiências usando sapatas de ferro fundido como elemento de freio.

O desenvolvimento dos materiais de atrito como se conhece atualmente é creditado ao inglês Herbert Froot, 1897, o qual criou um material baseado em cabelos e tiras de algodão, impregnados com uma solução de betume. Embora houvesse uma sensível melhoria na qualidade do produto, ainda a maior limitação era a temperatura de degradação das fibras utilizadas, algo em torno de 150°C. A necessidade de uma fibra que conferisse ao material de atrito boa resistência mecânica e que suportasse a elevadas temperaturas levou Froot, em 1908, a utilizar-se de tecidos a base de fibras de amianto [5].

O amianto em função da sua abundância, baixo custo, associado a suas excelentes propriedades térmicas e mecânicas, suas propriedades de atrito e a sua compatibilidade com os aglomerantes faz dele uma fibra especial para uso em materiais de atrito. Por essa razão é que ele continua sendo usado em alguns países, inclusive o Brasil, apesar de suas restrições quanto à saúde ocupacional dos trabalhadores e usuários.

Com a proibição do uso do amianto em determinados países, as indústrias fabricantes de materiais de atrito iniciaram pesquisas com a finalidade de se obter fibras alternativas ao amianto. Estas pesquisas resultaram no desenvolvimento de materiais chamados NAO, “non asbestos material”, os quais podem fazer uso de diferentes tipos de fibras alternativas ao amianto, como: fibra de vidro, fibras cerâmicas, fibras metálicas, fibras orgânicas e fibra carbono.

Atualmente, os materiais de atrito assumiram posição de destaque na cadeia automotiva, quer pelo seu caráter de item de segurança, quer pelo conforto requerido durante a frenagem. Como item de segurança, a constante redução das diferenças entre as distâncias de parada entre os veículos comerciais e os de passeio, tem exigido cada vez mais dos materiais de atrito em termos de sua estabilidade de atrito em temperaturas mais elevadas. Já em relação ao conforto, com a alta competição entre as empresas montadoras de veículos e as leis de proteção dos consumidores, tem-se observado um controle muito

rigoroso dos índices de satisfação dos usuários de veículos em relação ao ruído durante a frenagem e a durabilidade dos materiais de atrito, objetivando com isso uma redução nos índices de reclamações durante o período de garantia do veículo, chamados custos em garantia.

2.2 Tribologia

Nas últimas décadas, o campo da tribologia, isto é, o estudo do atrito, da lubrificação e do desgaste entre os materiais, recebeu atenção crescente do ponto de vista técnico-científico e prático. Tornou-se evidente que a operação de muitos sistemas mecânicos depende dos valores do atrito e do desgaste [6].

Quando duas superfícies de engenharia estão em movimento relativo, deseja-se, de modo geral, conhecer o coeficiente de atrito entre elas e qual o desgaste que ocorre neste par, onde estes dois valores dependem fortemente das cargas aplicadas, da geometria e natureza das partes em contato, do meio ambiente e da existência ou não de um terceiro corpo entre elas. Todos estes elementos compõem o que se convencionou chamar de sistema tribológico [7].

O contato tribológico nos freios constitui-se numa das poucas aplicações onde se deseja que um material deslize contra um outro, a uma alta velocidade de deslizamento e com um alto coeficiente de atrito. Isto requer uma demanda extrema sobre o material de atrito, exigindo destes um coeficiente de atrito estável em diferentes condições de temperatura, de carga e de ambiente, com diferentes níveis de desgaste [8].

2.3 Compósitos

O objetivo principal de se desenvolver materiais compósitos é para que se possam combinar características desejáveis de dois ou mais materiais em um simples material multi-fase. Os engenheiros e designers tem se defrontado com demandas por equipamentos de alto desempenho, os quais devem atender especificações cada vez mais severas, o que por sua vez criou um formidável desafio para os técnicos em materiais para desenvolver materiais de mais alta tecnologia.

Materiais estruturais e a maioria dos materiais biológicos que ocorrem na natureza são compósitos, isto porque nenhum material de fase única disponível poderia satisfazer de uma

maneira ótima, às várias demandas requeridas pela aplicação. Por esta razão, os materiais de atrito nos sistemas de freio dos automóveis, dos caminhões, dos ônibus, dos trens e de aviões, são compósitos.

Os compósitos classificam-se de acordo com sua matriz, podendo ser de matriz polimérica, chamados PMC, “polymer matrix composites”; de matriz metálica, chamado MMC, “metal matrix composites”, de matriz cerâmica, chamados CMC, “ceramic matrix composites” e por último de matriz carbono-carbono, chamados CCC, “carbon carbon composites” [9].

Os materiais de atrito mais comuns se constituem basicamente em compósitos de matriz polimérica, contudo para aplicações especiais onde a demanda térmica é muito alta, utilizam-se compósitos cerâmicos ou carbono carbono. A imensa maioria dos materiais de atrito sem amianto aplicados na indústria automobilística mundial empregam compósitos do tipo PMC em função do seu baixo custo, utilizando como matriz resinas fenólicas ou borrachas, fibras de reforço e materiais particulados para regular o nível de atrito e taxa de desgaste.

2.4 Lei das misturas

A principal dificuldade em projetar produtos a partir de materiais compósitos reforçados com partículas e fibras curtas, é prever as propriedades do material final. Isto porque a Lei das Misturas, originalmente desenvolvida para os materiais compósitos de fibras contínuas, não prevê de forma eficaz as propriedades deste tipo de material compósito. A ausência de modelos na literatura, que governem as propriedades mecânicas deste tipo de material de forma clara, pragmática e eficiente prejudica a utilização do mesmo no projeto de produtos e, pode, muitas vezes, depreciar o projeto, e até mesmo inviabilizá-lo [10].

A Lei das Misturas está baseada no Princípio da Aditividade, que estabelece que as propriedades do compósito serão intermediárias entre as propriedades dos componentes constituintes, segundo Callister [11]:

$$P_c = P_f v_f + P_m v_m \quad (1)$$

Em concordância com Princípio da Aditividade, para materiais compósitos contendo fibras curtas e partículas, a equação 1 torna-se:

$$P_c = P_f v_f + P_m v_m + P_p v_p \quad (2)$$

Onde P_c representa a propriedade mecânica em questão do compósito, da mesma forma que P_f representa a propriedade mecânica em questão da fibra, P_m é a propriedade mecânica em questão da matriz e P_p é a propriedade em questão da fase partícula, v_f , v_m e v_p são as frações volumétricas das fases fibra, matriz e partícula, respectivamente.

Outro aspecto importante é o fato de o carregamento, nos compósitos reforçados com partículas e fibras curtas, ser feito na matriz, que transfere carga para as fibras e para as partículas através das interfaces. Dessa forma, a resistência ao cisalhamento interfacial e a efetividade do recobrimento destes componentes são aspectos críticos para o modelamento mecânico do compósito [12]. Dessa forma, cabe introduzir nos termos independentes da equação 2, fatores de correção de modo a ajustar a eficiência da contribuição de cada um para a resistência mecânica do compósito. Assim, a equação 2 pode ser reescrita da seguinte forma:

$$P_c = \beta P_f v_f + \lambda P_m v_m + \gamma P_p v_p \quad (3)$$

O fator β representa a eficiência do reforço da fibra, o fator λ , diz respeito à eficiência do recobrimento das fases presentes por parte da matriz e o fator γ é função da razão entre a tensão de cisalhamento na interface matriz/partícula e a tensão de cisalhamento da matriz [12].

2.5 Materiais de atrito

Os materiais de atrito são desenvolvidos para resistir a altas demandas mecânicas e tribológicas. As propriedades mecânicas dos materiais de atrito influenciam o conforto e o desempenho do sistema de freio [13].

O tipo e a quantidade de cada aditivo no material de atrito são determinados em grande parte pelas observações empíricas e os aditivos que compõe os materiais de atrito são os aglomerantes (resina fenólica ou borracha), fibras de reforço, lubrificantes sólidos, abrasivos, cargas e outros modificadores de atrito [14].

O papel de cada aditivo no material de atrito tem sido estudado e novos aditivos ainda vêm sendo desenvolvidos para atingir o melhor desempenho durante a frenagem. Entre muitos aditivos atualmente disponíveis para materiais de atrito, a resina fenólica possui um papel crucial na determinação das características da fricção, e frequentemente é responsabilizada por vários supostos problemas de freio [15].

2.5.1 Aglomerantes

O propósito do aglomerante é manter a integridade estrutural do material de atrito sob carga térmica ou mecânica. Ele deve manter os componentes do material de atrito juntos e impedir que seus constituintes sejam desprendidos separadamente, funcionando como matriz do compósito.

A escolha do aglomerante para o material de atrito é uma questão muito importante, pois se ele não mantiver a estrutura intacta durante todo o tempo durante a aplicação do freio, os outros constituintes, como fibras de reforço ou modificadores de atrito poderão se desprender.

As resinas fenólicas são as preferidas numa grande gama de aplicações, desde os comodites e materiais de construção até o uso na indústria aeroespacial de alta tecnologia. O reconhecimento surge do fato que estas resinas possuem várias características desejadas, como boa resistência mecânica, boa resistência térmica e estabilidade dimensional, bem como, alta resistência contra vários solventes, ácidos e água. Ela é inerentemente resistente à chama e desprende pouca fumaça quando incinerada [16].

Outros aglomerantes podem ser usados em aplicações específicas desde que suas desvantagens não comprometam a funcionalidade do material de atrito.

2.5.2 Fibras de reforço

As fibras de reforço são usadas nos materiais de atrito para a melhoria da resistência mecânica e de seu desempenho. Os estudos dos efeitos das fibras nas características dos materiais de atrito mostraram que estas desempenham um papel importante no coeficiente de atrito e desgaste [17]. Pesquisas recentes mostraram que a força de frenagem é realmente suportada por pequenos platôs que ascendem sobre os arredores mais baixos da superfície do material de atrito. Estes platôs são formados pelas fibras de reforço cercadas de componentes

macios compactados, conforme pode ser observado na figura 1. Por isso não se pode subestimar a importância das fibras de reforço nos materiais de atrito. Os platôs são formados pela compactação dos produtos do desgaste e não podem existir sem o suporte primário das fibras de reforço, por isso é razoável esperar que o desgaste do material de atrito aumente com a diminuição da quantidade de fibras de reforço [8].

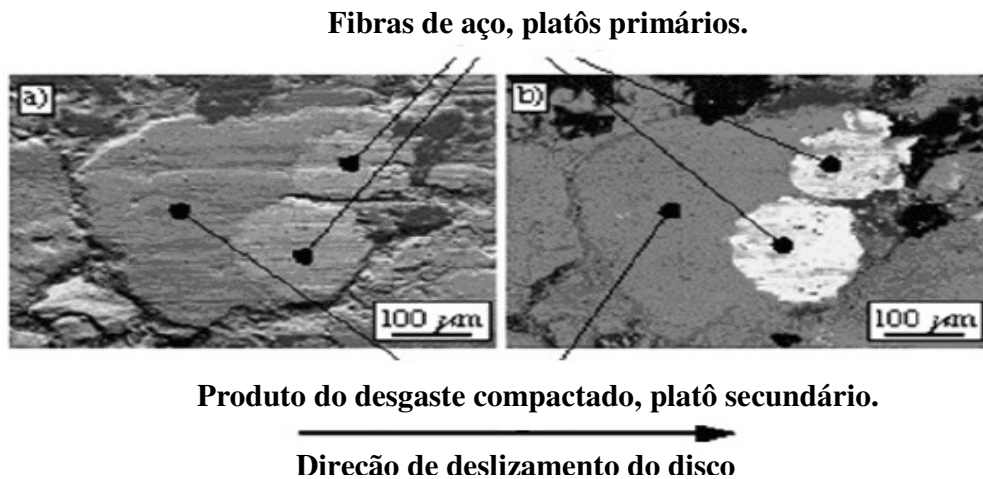


Figura 1 – Platôs de contato vistos na superfície de uma pastilha NAO a) realce do contraste topográfico; b) realce do contraste composicional [8].

Os materiais de atrito tipicamente usam uma mistura de diferentes tipos de fibras de reforço com propriedades complementares. Os principais tipos de fibras de reforço usadas em materiais de atrito são:

- fibras metálicas, as mais usadas são a fibra de aço, fibra de cobre e a de latão;
- fibra de vidro, sendo que comercialmente o tipo mais usado é a do tipo E;
- fibras cerâmicas, que são tipicamente produzidas por diferentes tipos de óxidos como alumina, magnésio, cálcio, silício, etc.;
- fibras orgânicas, onde as mais usadas são as do tipo aramida, acrílica;
- fibra carbono.

2.5.3 Modificadores de atrito

Os modificadores de atrito são componentes adicionados ao material de atrito com a função de modificar o coeficiente de atrito bem como as taxas de desgaste. Eles são

divididos em duas grandes categorias: lubrificantes, os quais reduzem o coeficiente de atrito e a taxa de desgaste; e os abrasivos, os quais aumentam o coeficiente de atrito e a taxa de desgaste.

Como o nome sugere os modificadores de atrito afetam grandemente as características de fricção dos materiais de atrito. É importante se atingir o compromisso entre as quantidades dos lubrificantes e abrasivos nos materiais de atrito, a fim de se obter propriedades de desempenho estáveis e melhor controlar as taxas de desgaste do material de atrito e do contra material [18].

2.5.3.1 Lubrificantes

Os lubrificantes são adicionados na composição dos materiais de atrito com a finalidade principal de reduzir o atrito e o desgaste, formando um filme de baixa resistência ao cisalhamento entre as superfícies em contato. Observa-se ainda que, a formação deste filme acaba protegendo as superfícies contra a corrosão, estabiliza o coeficiente de atrito, remove o calor gerado pelo atrito, remove as partículas geradas pelo desgaste e serve para o amortecimento de ruído.

Os lubrificantes sólidos, tais como a grafite e vários sulfetos metálicos, são usados para estabilizar o coeficiente de atrito, primeiramente em temperaturas elevadas [18].

2.5.3.2 Abrasivos

Os abrasivos nos materiais de atrito aumentam o coeficiente de atrito e ao mesmo tempo aumentam a taxa de desgaste do contra material. Eles removem o óxido de ferro do contra material bem como outros filmes indesejáveis formados durante a frenagem. Por isso, os materiais de atrito que possuem grandes quantidades de abrasivos exibem uma grande variação do coeficiente de atrito, resultando na instabilidade do torque de frenagem.

Partículas duras de óxidos metálicos e silicatos são exemplos de abrasivos. Os abrasivos possuem valores de dureza Mohs ao redor de 7-8 e alguns exemplos de abrasivos usados em materiais de atrito incluem o óxido de zircônio, silicato de zircônio, óxido de alumínio calcinado ou fundido, óxido de magnésio e óxido de cromo [18].

2.5.4 Cargas

As cargas são adicionadas aos materiais de atrito para melhorar a processabilidade, bem como para reduzir o custo geral do material de atrito.

A escolha das cargas depende em particular dos componentes do material de atrito, bem como do tipo específico de material de atrito. Por exemplo, pastilhas de freio metálicas que geram muito ruído de freio podem requerer cargas como pó de caju e mica que são supressores de ruído, ao invés do sulfato de bário (estabilidade térmica). Por outro lado, pastilhas de freio semi-metálicas com uma mistura de compostos metálicos e orgânicos possuindo variação do coeficiente de expansão térmica pode requerer uma grande quantidade de tri-óxido de molibdênio, para prevenir trincas no material de atrito.

As cargas são divididas em dois grupos: orgânicas e inorgânicas. As cargas orgânicas mais comumente usadas em materiais de atrito são o pó de caju e o pó de borracha, ambos são incorporados nos materiais de atrito com o objetivo de reduzir ruído de frenagem através de sua maior visco-elasticidade característica. Já dentre as cargas inorgânicas as mais comumente usadas são a barita (sulfato de bário), mica, vermiculita e o carbonato de cálcio (mineralita); onde a propriedade mais comum entre elas é que possuem ponto de fusão relativamente alto [18].

2.6 Processos de fabricação

Pode-se dizer que, tão importante quanto a fórmula do material de atrito, é o processo em que ele é fabricado. Segundo Nicholson [5], os processos de manufatura de materiais de atrito podem ser agrupados em três categorias básicas:

- Mistura seca, nesta categoria os aditivos que compõem o material de atrito estão todos no estado sólido no formato de pós, partículas e fibras de pequeno tamanho. Para este tipo de mistura, na maioria dos casos, a conformação do material de atrito é realizada por um processo de prensagem a quente;

- Mistura úmida, todos os pós e fibras são misturados com uma resina líquida e/ou uma solução de borracha líquida. Aqui também se faz necessário a adição de calor e pressão para conformação do produto, porém, na maioria dos casos, tem-se a conformação do produto com pressão a frio e após um tratamento térmico em fornos;

- Tecidos, consistem na fabricação de fios ou tecidos impregnados com resina líquida e outros componentes.

Materiais de atrito, como as pastilhas e sapatas de freio, usadas como freios em diversos veículos, vêm sendo produzidos pela adesão de duas partes, material de atrito e uma chapa metálica, a qual serve como apoio e fixação do material atrito junto ao sistema de freio.

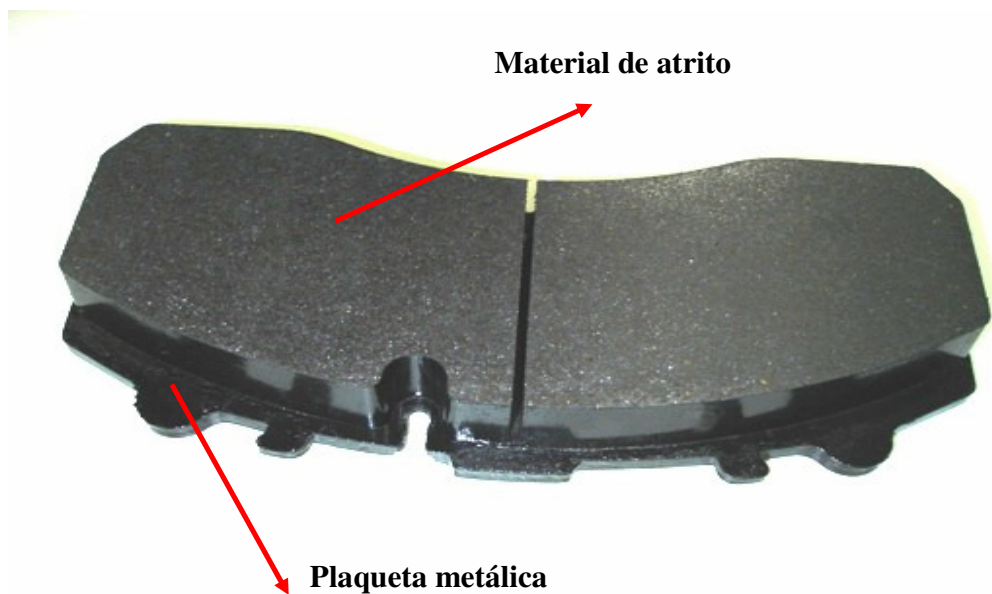


Figura 2 – Pastilha para freio a disco.

A figura 3, a seguir, apresenta um fluxograma típico do processo de produção de materiais de atrito com reforço metálico, pastilhas de freio a disco e alguns parâmetros de controle. O reforço metálico é produzido a partir de uma chapa metálica plana, na qual é estampado (cortado) conforme o formato especificado pelo fabricante do sistema de freio. Este reforço metálico quando usado em pastilhas de freio normalmente é chamado de plaqueta.

O material de atrito, por sua vez, é preparado separadamente através da mistura seca dos seus diferentes componentes, aglomerantes, fibras, modificadores de atrito e cargas. A operação de misturar visa à homogeneização dos componentes e o seu resultado depende dos parâmetros adotados durante a sua preparação. Os principais parâmetros para a preparação de misturas são: a temperatura, velocidade de rotação do misturador, ordem de adição dos componentes e o tempo total de mistura.

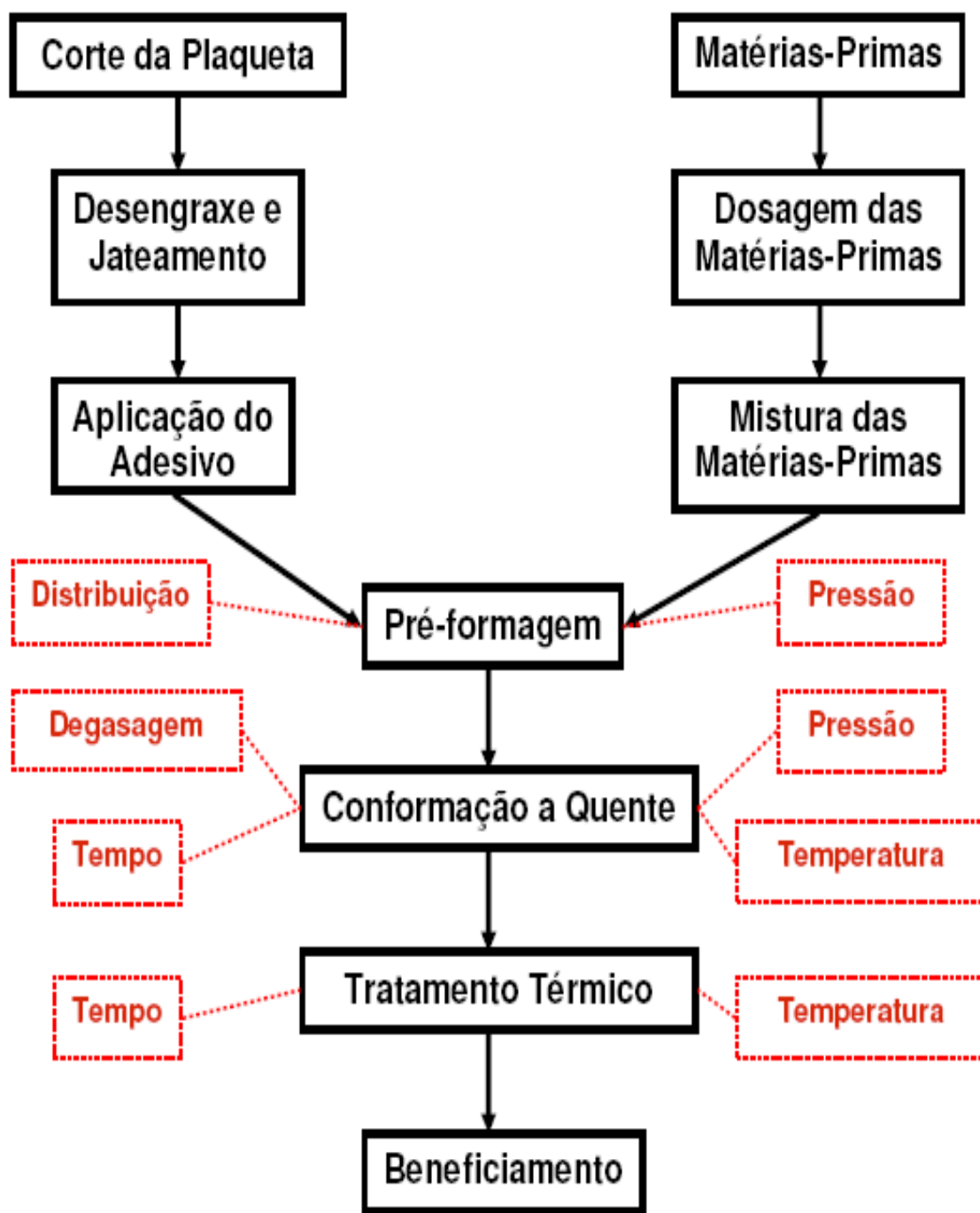


Figura 3 – Fluxograma típico do processo de produção de pastilhas para freio a disco.

A seguir, a mistura juntamente com a plaqueta metálica é compactada a frio, formando uma pré-forma com dimensões e forma aproximada à especificada pelo projeto.

Estando a pré-forma concluída, esta é conduzida até a operação de conformação a quente, que consiste num ciclo de prensagem, associando temperatura, pressão, e tempo sob pressão e

degasagem, assegurando a adesão integral entre o material de atrito e o reforço metálico, bem como a cura do agente aglomerante dentro do dimensional exigido.

Após a conformação a quente a pastilha é submetida a um tratamento térmico para assegurar a estabilidade dimensional e a completa cura do agente aglomerante.

Na seqüência a peça é encaminhada para a linha de beneficiamento, para ajustes dimensionais, pintura e colocação de acessórios.

As etapas que em que se observam transformações químicas significativas são a da conformação a quente e a de tratamento térmico e são consideradas relevantes para este trabalho, pois, envolvem a cura ou vulcanização da matriz polimérica.

2.7 Propriedades dos materiais de atrito

A seleção inicial do material de atrito é baseada nas propriedades físicas, químicas e mecânicas que são apropriadas para os requisitos da aplicação. Os métodos para testes são sempre baseados em institutos nacionais (ABNT - Associação Brasileira de Normas Técnicas) ou internacionais (ISO - *International Organization for Standardization*). Já para uma avaliação tribológica sistemática dos materiais, os testes são usualmente desenvolvidos pelas companhias ou, em alguns casos, pelo usuário final.

Para avaliar os materiais de atrito, uma completa caracterização física, química e mecânica deve ser realizada antes de uma avaliação tribológica. Os testes de freios envolvem avaliações sob diferentes condições a fim de se identificar falhas e comportamentos inconsistentes [9]. A tabela 1 lista características dos materiais de atrito que devem ser consideradas.

Os testes tribológicos estão relacionados com a identificação do coeficiente de atrito e das propriedades de desgaste do par tribológico. O coeficiente de atrito e o desgaste característico são sensíveis aos efeitos da composição do material, da temperatura, da velocidade de deslizamento, da pressão e do histórico anterior ao uso. O projeto global do freio e a sua geometria de contato, a remoção do produto do desgaste e o meio ambiente também afetam significativamente. Todos estes fatores devem ser considerados numa completa caracterização tribológica dos materiais em atrito. Qualquer variação no coeficiente de atrito deve ser caracterizada [9].

Os testes tribológicos iniciais são normalmente realizados usando pequenas máquinas em escala com torque ou pressão de frenagem constante. O conceito do teste de atrito com

torque constante permite a comparação padronizada entre diferentes testes de materiais de atrito. Os testes em escala são usados para reduzir custos associados com o desenvolvimento de novos materiais de atrito.

Em muitas situações os materiais de atrito não são avaliados através de testes em escala reduzida, em seu lugar são realizados testes em dinamômetro em escala real. Isto se deve a correlação pobre entre a escala reduzida e o teste em dinamômetro. Os testes em dinamômetro são mais fieis as condições reais de uso em veículo, pois, para realização dos testes empregam-se todo o sistema de freio e até mesmo braços de suspensões. Em adição, os testes em escala reduzida minimizam as vibrações o que para a detecção do ruído é fatal. Por essa razão, é desejável que se consiga duplicar no ambiente de laboratório as condições do freio em serviço, o mais próximo possível, com isso pode-se ser capaz de prever a performance dos materiais de atrito no campo.

Tabela 1 – Propriedades dos materiais de atrito consideradas para desenvolvimento[9].

Propriedades físicas	Propriedades mecânicas	Outras propriedades
Densidade	Resistência à tração	Usinabilidade
Condutividade térmica	Resistência à compressão	Processabilidade
Porosidade	Resistência à flexão	Corrosão
Calor específico	Resistência ao cisalhamento	Vibração
Coefficiente de expansão	Rigidez	Ruído
Resistência ao choque térmico	Dureza	Impacto ambiental
Inchamento	Comportamento ao impacto	Emissões e produto do desgaste
Ponto de amolecimento/ fusão	Compressibilidade	Segurança e saúde
	Tenacidade	Cheiro
	Capacidade de amortecimento	

3 – MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo serão apresentados os procedimentos experimentais para obtenção dos compósitos (materiais de atrito) e os métodos utilizados neste trabalho para a caracterização das propriedades físicas, mecânicas e tribológicas. Todo o trabalho experimental e de caracterização foi realizado no Centro de Pesquisa da Fras-le SA.

3.1 Materiais

Na preparação dos materiais de atrito foram usadas matérias-primas normalmente encontradas no mercado. Foram selecionados lotes únicos de cada uma das matérias-primas empregadas nos diferentes experimentos, com o objetivo de reduzir as variações decorrentes da fonte de abastecimento e como forma de aumentar a sensibilidade dos experimentos.

3.1.1 Processo de preparação das amostras

Foram produzidas cinco pastilhas de uma formulação sem amianto de matriz orgânica utilizando-se as facilidades do Laboratório Piloto da Fras-le. A pastilha de freio selecionada para as avaliações é do tipo comercial usada em caminhões com área de aproximadamente 100 cm².

Primeiramente, as matérias-primas selecionadas foram pesadas na proporção pré-determinada para cada formulação e passaram pelo processo de mistura a seco, objetivando a sua homogeneização. Foram produzidas misturas dos diferentes materiais de atrito usando um misturador do tipo Eirich, conforme figura 4, com 1800 RPM durante 8 minutos com uma carga de 6 kg.



Figura 4 – Misturador do tipo Eirich empregado na homogeneização do material.

Preparada a mistura, o próximo passo foi a sua conformação a quente em molde positivo, conforme figura 5. Na conformação a quente os seguintes parâmetros foram controlados: peso da mistura, espalhamento da mistura no molde, temperatura do molde (cavidade e punção), pressão aplicada à mistura e ciclo de cura do material, o que inclui o tempo sob pressão e o tempo de degasagem.



Figura 5 – Molde para conformação a quente.

Concluída a conformação a quente, as amostras foram submetidas a um tratamento térmico objetivando a sua estabilidade dimensional e finalização da reação de cura do material aglomerante. Para a realização do tratamento térmico usou-se uma estufa do tipo estática, respeitando um determinado ciclo, controlando-se a temperatura e o tempo de residência.

Após o tratamento térmico, as peças passaram pela operação de retífica a fim de obter uma padronização dimensional de sua espessura.

3.2 Propriedades e equipamentos usados nas medições experimentais

3.2.1 Dureza Rockwell R

A dureza Rockwell R, HRR, mede a deformação que o material sofre quando se aplica uma força sobre este, ou seja, ela mede a resistência à formação de uma marca permanente no material. Este ensaio é utilizado para medir a dureza em materiais de atrito.

A determinação de dureza Rockwell R dos materiais foi realizada de acordo com o procedimento ISO 6508-1. O equipamento utilizado foi um durômetro marca Mitutoyo, tipo Wizhard, modelo HR-523, com calibração que garante leituras dentro de uma faixa de erro máximo de $\pm 3\%$, conforme figura 6.



Figura 6 – Durômetro Rockwell R (HRR).

3.2.2 Densidade específica

A densidade específica foi medida através da determinação do volume de água deslocado pela imersão total do corpo de prova. Ao imergir o corpo de prova, desloca-se uma quantidade exatamente igual ao seu volume, e este recebe, pelo princípio de Archimedes, um empuxo igual a massa do dito volume.

Uma balança de marca Marte, modelo AS500, com sensibilidade de 0,1 g e capacidade de carga de 5.000 g, foi utilizada na determinação da densidade específica dos materiais, segundo procedimento descrito na norma NBR 5544, onde a massa da amostra é medida na condição normal (m), e posteriormente imersa em água (m_a). A densidade específica do material é dada pela relação:

$$\rho = \frac{m}{(m - m_a)} \quad (4)$$

3.2.3 Compressibilidade

A compressibilidade tem sido definida na indústria como a deflexão apresentada por uma única pastilha de freio quando submetida a uma carga que simula uma determinada pressão de frenagem do sistema de freio, sendo medida em μm . A medição é realizada segundo o procedimento ISO 6310, e pode ser realizada a temperatura ambiente ou em condição de alta temperatura.

O equipamento usado para medição da compressibilidade, conforme ilustrado na figura 7, foi o da marca Link, modelo 620, com sensibilidade de medição de deslocamento de $\pm 0.5 \mu\text{m}$, sensibilidade de medição de temperatura $\pm 1^\circ\text{C}$, carga máxima de 60.000 N, curso máximo de 50 mm e faixa de temperatura indo da temperatura ambiente até 600°C .



Figura 7 – Máquina de compressibilidade.

3.2.4 Força máxima de flexão em três pontos

Os ensaios de flexão em três pontos dos materiais de atrito foram efetuados em uma máquina de ensaio universal marca Instron, modelo 5569, conforme figura 8, com capacidade de 50.000 N, seguindo as recomendações da norma ISO 178, onde os corpos de prova foram apoiados pelas extremidades com aplicação da carga no centro. O dado obtido nesse ensaio foi a força máxima de flexão que o material de atrito suporta.

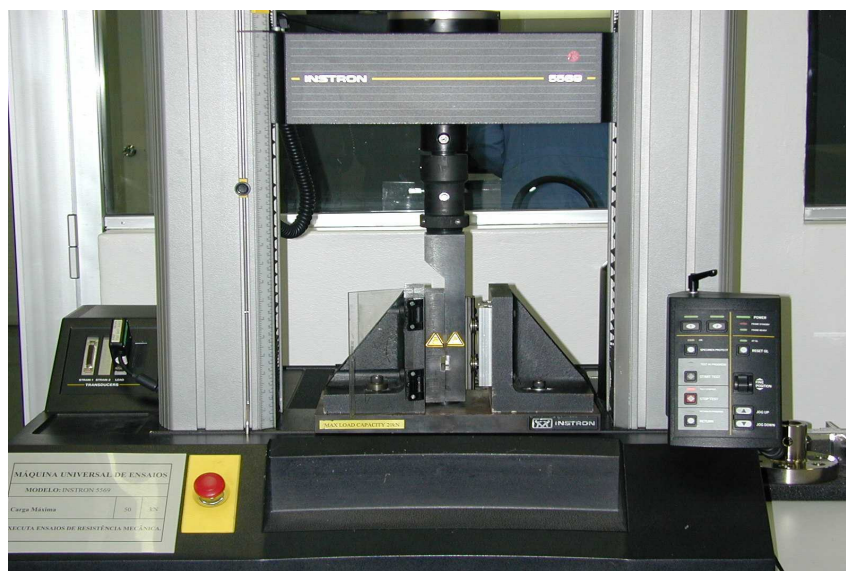


Figura 8 – Máquina de ensaio universal.

3.2.5 Ensaio Chase

A máquina Chase foi usada para realização do teste SAE J661a, o qual caracteriza o coeficiente de atrito e a taxa de desgaste de uma amostra de material de atrito. A máquina Chase, figura 9, consiste de um tambor de ferro fundido com diâmetro nominal de 280 mm girando a 800 RPM contra uma amostra do material de atrito de 25,4 mm², sempre com uma carga normal constante de 892 N. A taxa de desgaste usualmente é obtida em termos de perda de massa ou espessura.

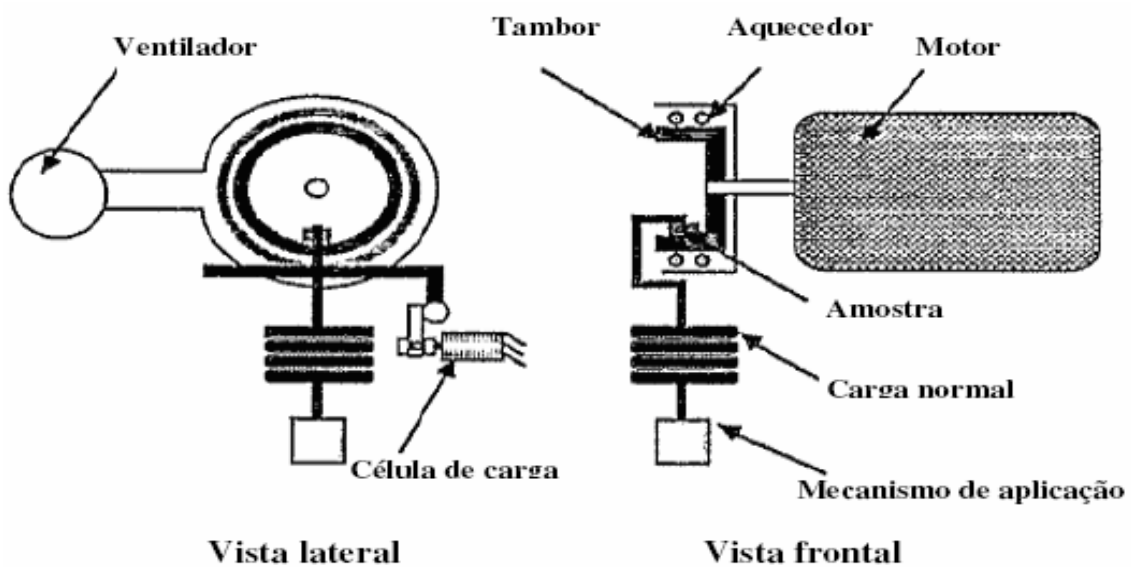


Figura 9 – Máquina Chase [19].

A figura 10, a seguir, apresenta o gráfico usualmente usado para apresentar os resultados do teste SAE J661a, com a curva obtida para o coeficiente de atrito nas diferentes etapas do teste e o desgaste observado na amostra testada, em termos de perda de espessura e de perda de massa.

Está ilustrada na figura 10 uma faixa de atrito característica dos materiais do tipo NAO. Usualmente, o teste SAE J661a vem sendo usado como ensaio para controle de qualidade dos produtos na indústria pela fácil obtenção da taxa de desgaste e nível de atrito característico de cada material. Contudo, a taxa de desgaste para materiais do tipo NAO semi-metálicos tem se mostrado muito baixa e por este motivo será desconsiderada neste trabalho.

3.3 Projeto experimental

A concepção atual de ciência é de aprendizagem através da experimentação e análise dos dados observados. A procura das causas, das leis, traduz-se em um processo interativo de observação do real, de repetição de experimentos, de avaliação quantitativa dos fenômenos em estudo [20].

É comum, especialmente em indústrias químicas, aparecerem problemas em que se precisam estudar várias propriedades ao mesmo tempo e estas, por sua vez, são afetadas por um grande número de fatores experimentais. A utilização de planejamentos de experimentos baseados em princípios estatísticos é, em geral, a maneira mais eficiente para estimar os efeitos de várias variáveis simultaneamente [21]. Com esta ferramenta, os pesquisadores podem extrair do sistema em estudo, o máximo de informações úteis com um número mínimo de ensaios. Na prática, isso significa diminuição de horas trabalhadas, de gastos com reagentes e de tempo de máquina para experimentos em produção, mais agilidade nos desenvolvimentos de novos produtos e no entendimento do processo, melhor controle do processo e, conseqüentemente, da qualidade do produto, dentre outras vantagens [22].

A evolução de um planejamento de experimento, desde uma situação de completa falta de informação sobre o sistema até a construção de um modelo hipotético, caminha ao longo da ordem lógica apresentada na figura 11.

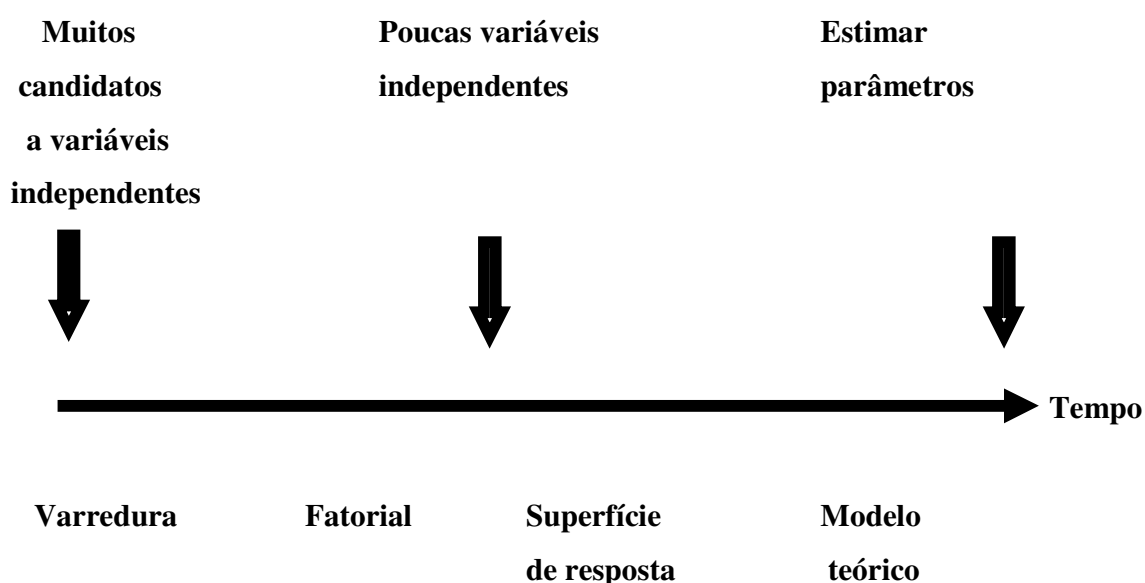


Figura 11 – Estágios de evolução do planejamento de experimentos [20].

O planejamento de experimento não propõe uma única rota a ser seguida. É possível para um cientista, conduzir uma investigação sem a estatística, no entanto, seria impossível para um estatístico, conduzir uma investigação sem o conhecimento científico [23]. Portanto, o uso de tais ferramentas estatísticas potencializa o conhecimento científico do investigador que, por sua vez, deve:

- Selecionar as variáveis independentes a serem avaliadas;
- Selecionar os níveis máximo e mínimo para cada variável que possibilite a obtenção de amostras cuja variação dos resultados seja perceptível e mensurável;
- Projetar o planejamento de experimento de forma que ele possa fornecer exatamente o tipo de informação desejada [24].

3.3.1 Planejamento experimental fatorial completo (2^k)

Em um planejamento do tipo 2^k ou 3^k , a base indica o número de níveis e o expoente o número de fatores de controle. Por exemplo, em um planejamento do tipo 2^3 há três fatores de controle e dois níveis pré-estabelecidos para cada fator. Há oito combinações de fatores deste planejamento, que estão associados aos efeitos principais dos três fatores (A, B e C), às interações dos fatores (AB, AC e BC) e a interação dos três fatores (ABC). Se houvesse três níveis (alto, médio e baixo, por exemplo), o número mínimo de ensaios subiria para $3^2 = 9$ experimentos. O objetivo é obter o máximo possível de informações sobre essas variáveis, sobre seus efeitos na resposta e sobre suas eventuais inter-relações, ao menor custo possível. Neste sentido, às vezes, o custo de se levar adiante um experimento fatorial torna-se muito elevado, pois há um grande número de combinações entre as variáveis, ou seja, quanto maior a quantidade de fatores, maior será a quantidade de ensaios que se devem garantir as mesmas condições, o que implica em aumento no custo experimental. A lista dessas combinações é chamada de matriz de planejamento [25].

Os experimentos realizados em um produto, sistema ou processo de manufatura, possuem como objetivo estudar os efeitos de variações de alguns fatores que são críticos para o desempenho das funções de um produto ou sistema. Os estudos experimentais eram realizados variando somente um fator de cada vez. Na técnica de planejamentos fatoriais, todos os fatores são variados simultaneamente.

Os efeitos principais correspondem à mudança da resposta média quando o nível de um fator é alternado do menor nível, (-1) para o maior nível, (+1), mantendo os outros

fatores constantes. Os efeitos de interação são obtidos algebricamente por:

$$Efeito = \frac{\bar{y}_{(+)} - \bar{y}_{(-)}}{2} \quad (5)$$

Onde: $\bar{y}_{(+)}$ - média das respostas no nível superior;
 $\bar{y}_{(-)}$ - média das respostas no nível inferior.

As equações utilizadas para calcular os efeitos principais e de interação utilizam todas as respostas observadas, nas quais cada efeito é metade das diferenças de duas médias. Metade das observações contribui para uma das médias, e a outra metade para o restante das mesmas. Para os planejamentos fatoriais de dois níveis, essa é uma característica importante. A interpretação geométrica para o planejamento fatorial com dois níveis pode ser visualizada por um cubo, cujos vértices representam os níveis das variáveis, e para o estudo dos efeitos utiliza um sistema cartesiano (plano para dois fatores), com um eixo para cada fator, colocando quatro ensaios em cada quadrado. Atribuindo sinais algébricos aos ensaios, de acordo com as equações de efeito principais e de interação, percebe-se que os efeitos principais são contrastes (diferenças médias) entre valores situados nas arestas opostas e perpendiculares ao eixo do fator correspondente. O efeito de interação, por sua vez, é o contraste entre duas diagonais, considerando positiva a diagonal que liga o ensaio (--) ao ensaio (++) . Por isso, divide-se por 2, quando se calcula o efeito de interação.

3.3.2 Planejamento experimental fatorial fracionado (2^{k-1})

Um avanço feito a partir dos planejamentos fatoriais, foi a introdução dos planejamentos fatoriais fracionados propostos por Finney em 1945. Esses planejamentos permitem ao pesquisador estudar os efeitos principais e interações de baixa ordem de vários fatores com um número menor de experimentos em relação ao planejamento fatorial completo, sacrificando por outro lado interações de alta ordem. Os planejamentos fracionários oferecem grande economia de tempo e recursos, quando em muitos casos, as interações de alta ordem possam ser desprezadas [26].

Plackett & Burman em 1946 descreveram uma classe muito utilizada de planejamentos altamente fracionários ortogonais, nos quais os efeitos principais de n-1

níveis são estimados apenas por n experimentos. Para um experimento inicial, utiliza-se um subconjunto ou fração do delineamento fatorial completo (um fatorial fracionário). A notação de um experimento fatorial fracionado é feita na forma de 2^{k-p} . Esta notação indica que 2^p é o grau de fracionamento de um experimento fatorial completo 2^k , com número mínimo de ensaios igual a 2^{k-p} .

Conforme o número de fatores aumenta, o planejamento fatorial pode se tornar extremamente extenso, o que implica em um grande número de ensaios e aumento de custos [25]. Por exemplo, para estudar 10 fatores de um planejamento fatorial completo em dois níveis, seriam necessárias 1024 experimentações, o que geraria um grande número de interações, sendo que muitas delas poderiam ser desprezadas, pelo efeito mínimo ou nulo sobre ou entre os outros efeitos.

Assim sendo, sabe-se que o número de interações de ordem mais alta aumenta significativamente com o número de fatores. Porém, na maioria dos casos essas interações têm valores pequenos e são destituídas de qualquer importância prática. Como na expansão em série de uma função, os efeitos principais, ou de primeira ordem, tendem a ser maior que as interações de dois fatores, ou de segunda ordem, que por sua vez são mais importantes do que as interações de três fatores, e assim por diante. Essa condição se acentua com os fatores de ordem mais alta. Tendo em vista essa condição, havendo efeitos não significativos estes podem ser eventualmente retirados do planejamento.

Pode-se considerar também o fato de que, quando o número de fatores aumenta, crescem as chances de que um ou mais desses fatores não afetem significativamente a resposta, seja por meio dos efeitos principais, seja devido aos efeitos de interação. O cuidado que se deve tomar é que em muitas situações não se conhece, a priori, a relação completa de todas as variáveis que afetam significativamente a resposta [21].

Considerando um planejamento fatorial completo 2^5 , o número de experimentos que devem ser realizados envolve 32 combinações. Para reduzir o número de experimentos, por exemplo, para dezesseis deve-se utilizar na verdade metade do experimento 2^5 , ou seja, $2^5 \times 1/2 = 2^{5-1} = 16$ combinações. A notação 2^{5-1} indica que há cinco fatores, cada um com dois níveis, mas que foram realizados apenas dezesseis ensaios. Assim, o fator (-1) no expoente do planejamento experimental (2^{5-1}) significa que o experimento foi dividido por dois, ou seja, meia fração do experimento fatorial completo [25].

3.3.3 Cálculo dos efeitos utilizando a matriz de contraste

Este procedimento de resolução pode ser aplicado a qualquer experimento fatorial, pois ele facilita enormemente a resolução e a análise do experimento como um todo. Através deste método é possível se calcular de maneira simples e eficiente os efeitos principais e os efeitos de interações, para isto o método faz uso de uma série de procedimentos algébricos, que formam na verdade um algoritmo para resolução da matriz dos coeficientes de contraste [27].

Para demonstrar este procedimento de resolução os passos serão dispostos em tópicos conforme segue:

a – reescrever a matriz de planejamento, substituindo os valores pelos sinais algébricos que identificam os níveis, ou seja, utiliza-se “+” para identificar o nível superior e “-” para identificar o nível inferior;

b – acrescentar a esta nova matriz, uma nova coluna com sinais positivos, de forma que esta nova coluna acrescentada seja a primeira coluna da matriz;

c – acrescentar mais uma coluna cujos sinais sejam o produto, elemento a elemento, das colunas da média, do fator A e fator B, por exemplo, sendo que esta nova coluna deve ser usada para calcular o efeito da interação entre os fatores, AB. Esta nova matriz é denominada de tabela de coeficientes de contrastes ou matriz de contrastes.

d – incluir a unidade (1) na matriz de contraste;

e – calcular o efeito referente a cada fator, utilizando a coluna que o represente, aplicando os sinais às respostas correspondentes, efetuando a soma algébrica desses valores com os respectivos sinais e dividindo por 2, neste exemplo.

A expressão obtida na citação da alínea “e” na verdade é o produto do vetor linha obtido transpondo o vetor coluna, que representa o fator em análise, pelo vetor coluna que representa as respostas. Para o cálculo do efeito do fator A, por exemplo, tem-se a seguinte expressão:

$$A = \frac{1}{2} x_c^A y \quad (6)$$

Onde: A – representa o efeito do fator A;

x_c^A – vetor coluna transposto, que representa a fator A, e;

y – vetor coluna que representa a variável de resposta.

No caso de um experimento fatorial completo do tipo 2^k a equação 6 pode ser utilizada para calcular os efeitos dos fatores e de suas interações, apenas deve-se observar o divisor que varia com o número de fatores, assim para 2^k ensaios o divisor será 2^{k-1} para os fatores principais e suas interações e 2^k para a média geral.

3.3.4 Estimativa do erro experimental

Através da utilização de réplicas pode-se estimar o erro experimental, e a partir deste erro avaliar a significância estatística dos efeitos. Para que isso ocorra é necessário que as repetições sejam autênticas, isto é, a realização dos experimentos deve ser feita de forma repetitiva sob as mesmas condições do primeiro ensaio. Essa condição é importante, pois se as repetições forem feitas de forma imprópria, sem incluir a variabilidade do processo experimental, os efeitos podem não corresponder à realidade. Por isso, é necessário que os ensaios sejam feitos de forma aleatória.

A variabilidade deve aparecer em toda a faixa de estudo do experimento, e não somente em uma determinada combinação de níveis. Assim, é uma condição importante quando o número de fatores aumenta.

A partir das repetições feitas em uma dada combinação de níveis pode-se obter uma estimativa do erro experimental nesta combinação. A estimativa de variância pode ser representada pela equação:

$$S^2 = \frac{V_1 s_1^2 + V_2 s_2^2 + \dots + V_m s_m^2}{V_1 + V_2 + \dots + V_m} \quad (7)$$

ou

$$S_{(erro\ experimental)} = \sqrt{\frac{V_1 s_1^2 + V_2 s_2^2 + \dots + V_m s_m^2}{V_1 + V_2 + \dots + V_m}} \quad (8)$$

Sendo, $v_i = n_i - 1$ é o número de graus de liberdade de s_i^2 , que por sua vez é a estimativa da variância do i -ésimo ensaio. Extraindo a raiz deste valor obtido nessa equação, tem-se o erro experimental característico [28].

3.3.5 Identificação e escolha das variáveis

A metodologia adotada nesta dissertação de mestrado seguiu basicamente os estágios apresentados na figura 11, passando por um processo de varredura ou experimentos exploratórios, para seleção dos fatores e seus níveis que podem influenciar a propriedade que se deseja investigar.

Continuando a escala de evolução dos experimentos, os fatores e seus níveis selecionados poderão ser usados para a construção de planejamentos de experimentos fracionados ou completos.

Neste trabalho foi levado em consideração aspectos como o tipo de formulação, matérias primas, processo produtivo e geometria da pastilha. O tipo de formulação selecionado para este trabalho foi a do tipo NAO semi-metálica, muito usada nos mercados europeu e brasileiro. O processo de conformação a quente usou uma matriz de molde positivo de uma referência usada em veículos comerciais.

A tabela 2 relaciona os fatores e níveis utilizados para a primeira investigação experimental.

Tabela 2 – Fatores e níveis para construção do planejamento de experimentos.

Fatores	Níveis	
	Baixo	Alto
1 - Variáveis de processo		
Pressão de conformação a quente (MPa)	29,4	58,8
Temperatura máxima durante o tratamento térmico (°C)	200	250
2 - Matérias primas		
Morfologia da partícula	Fibra A	Pó A
Fluidez da resina fenólica	Resina 1	Resina 2
Dureza do abrasivo	Abrasivo 1	Abrasivo 2
Natureza química da carga	Carga 1	Carga 2

As peças produzidas foram analisadas em relação as seguintes respostas, conforme mostrado na tabela 3.

Tabela 3 – Respostas e métodos.

Respostas	Método
Compressibilidade a frio (μm)	ISO 6310 (2001)
Densidade específica	NBR 5544 (1998)
Dureza Rockwell R (HRR)	ISO 6508-1 (2005)
Força máxima de flexão em três pontos (N)	ISO 178 (2001)
Ensaio de atrito e desgaste CHASE	SAE J 661a (2000)

4 – RESULTADOS E DISCUSSÕES

4.1 Experimentos exploratórios

Foram realizadas três experiências preliminares exploratórias no intuito de identificar os fatores importantes para a construção do delineamento de experimentos.

Na primeira experiência utilizaram-se os fatores selecionados e descritos anteriormente na tabela 2. A tabela 04 mostra os fatores selecionados e os resultados de compressibilidade obtidos para apenas dois experimentos, onde se usou, ou todos os fatores em seus menores níveis, ou todos em seus maiores níveis, formulações 5081 e 5082, respectivamente.

Tabela 04 – Primeira experiência: parâmetros x compressibilidade.

Categorias	Volume (%)	Aditivos	Formulações	
			5081	5082
Fibras de Reforço	9,72	Pó A	X	
		Fibra A		X
		Pó B	X	X
Aglomerante	13,51	Resina 1	X	
		Resina 2		X
Modificadores de Atrito	51,41	Lubrificante A	X	X
		Lubrificante B	X	X
		Abrasivo 1	X	
		Abrasivo 2		X
		Sulfeto metálico	X	X
Cargas	25,36	Carga 1	X	
		Carga 2		X
		Carga 3	X	X
		Carga 4	X	X
Processo				
Pressão de conformação a quente (MPa)			29,4	58,8
Temperatura máxima tratamento térmico (°C)			250	200
Compressibilidade a frio (µm)		Média	195	217

No anexo I são apresentadas algumas propriedades físicas dos componentes codificados como fibra metálica A, como pó metálico A ou B, como resina fenólica 1 ou 2, como lubrificante A ou B, como abrasivo 1 ou 2 e como cargas 1, 2, 3 ou 4.

Os resultados obtidos mostraram que os fatores e seus níveis selecionados não provocaram uma variação significativa da compressibilidade.

Resolveu-se rever e simplificar a formulação. Decidiu-se concentrar os percentuais dos lubrificantes A e B num único percentual e usá-los como parâmetros de variação nas formulações. Ao mesmo tempo eliminou-se as cargas 3 e 4, concentrando os seus percentuais sob a forma de uma única carga, como carga 1 ou carga 2. O pó do metal B foi eliminado da formulação, sendo que seu percentual foi adicionado ao percentual da fibra A ou ao do pó de A.

A tabela 05 mostra os fatores selecionados e os resultados de compressibilidade obtidos para os dois experimentos selecionados, onde se usou, ou todos os fatores em seus menores níveis, ou todos em seus maiores níveis, formulações 5098 e 5099, respectivamente.

Tabela 05 – Segunda experiência: parâmetros x compressibilidade.

Categorias	Volume (%)	Aditivos	Formulações	
			5098	5099
Fibras de Reforço	9,72	Pó A	X	
		Fibra A		X
Aglomerante	13,51	Resina 1	X	
		Resina 2		X
Modificadores de Atrito	51,41	Lubrificante A	X	
		Lubrificante B		X
		Abrasivo 1	X	
		Abrasivo 2		X
		Sulfeto metálico	X	X
Cargas	25,36	Carga 1	X	
		Carga 2		X
Processo				
Pressão de conformação a quente (MPa)			58,8	29,4
Temperatura máxima tratamento térmico (°C)			200	250
Compressibilidade a frio (µm)		Média	75	78

Os resultados obtidos mostraram que os fatores e os níveis selecionados também não provocaram uma variação significativa da compressibilidade entre os experimentos. Contudo, comparando-se os resultados de compressibilidade entre a primeira experiência e a segunda, fica patente que houve uma redução abrupta dos valores de compressibilidade e que as simplificações feitas menosprezaram fatores significativos para a composição da compressibilidade.

A terceira experiência realizada concentrou o foco sobre as cargas 3 e 4, considerando-as como parâmetros de seleção e um novo bloco de experimentos foi realizado. A tabela 06 mostra os fatores selecionados e os resultados de compressibilidade obtidos para os quatro experimentos realizados, formulações 5118, 5119, 5120 e 5121.

Tabela 06 – Terceira experiência: parâmetros x compressibilidade.

Categorias	Volume (%)	Aditivos	Formulações			
			5118	5119	5120	5121
Fibras de Reforço	9,72	Fibra A	X	X	X	X
Aglomerante	13,51	Resina 2	X	X	X	X
Modificadores de Atrito	51,41	Lubrificante A	X	X	X	X
		Abrasivo 1	X	X	X	X
		Sulfeto metálico	X	X	X	X
Cargas	25,36	Carga 2	X	X	X	X
		Carga 3	X	X		
		Carga 4	X		X	
Processo						
Pressão de conformação a quente (MPa)			58,8	58,8	58,8	58,8
Temperatura máxima tratamento térmico (°C)			200	200	200	200
Compressibilidade a frio (µm)		Média	181	106	138	85

Os resultados obtidos mostraram que a presença dos fatores, carga 3 e carga 4, nas formulações provocaram uma variação significativa da compressibilidade.

Nos experimentos exploratórios 1 e 2 foram selecionados os seguintes fatores:

- morfologia da partícula metálica (fibra ou pó);
- fluidez da resina fenólica (resina 1 ou resina 2);
- dureza do abrasivo (abrasivo 1 ou abrasivo 2);
- tipo de lubrificante (lubrificante A ou lubrificante B);
- natureza química da carga (carga 1 ou carga 2);
- pressão de conformação a quente (29,4 ou 58,8 MPa), e;
- temperatura máxima no tratamento térmico (200° ou 250° C).

As variações máximas observadas para a compressibilidade a frio nestes dois primeiros experimentos exploratórios ficaram entre 75 μm e 217 μm .

Já em relação ao terceiro experimento exploratório pode-se afirmar que, a presença das cargas 3 e 4, ocasionaram uma variação significativa da compressibilidade a frio, de tal forma que a presença das duas cargas geraram um compósito (material de atrito) com a compressibilidade média de 181 μm e, a ausência das mesmas, com adição de mais carga 2 em seus lugares, gerou um compósito de compressibilidade média de 85 μm .

Estabelecendo um comparativo entre os resultados obtidos para a compressibilidade a frio entre os experimentos um e dois (75 a 217 μm) contra o experimento três (85 a 181 μm), pode-se afirmar que os fatores selecionados nos experimentos um e dois foram pouco significativos quando comparados aos fatores selecionados no experimento três.

Com base nesta constatação fez-se necessária uma nova seleção de fatores para a execução do próximo experimento.

4.2 Delineamento de experimentos fracionado – DOE 1

Com base nos resultados obtidos nas três séries de experimentos exploratórios realizados decidiu-se concentrar o foco em fatores ligados aos principais componentes dos materiais compósitos, a matriz polimérica, a fibra de reforço e o material particulado. Somando-se a estes fatores, resolveu-se concentrar o foco em fatores de processo associados a operação de conformação a quente.

Em relação a matriz polimérica, resina fenólica, escolheu-se usar uma resina fenólica como padrão, resina 2, variando-se o seu percentual volumétrico na formulação. Para a fibra de reforço, optou-se por avaliar se a natureza química da fibra metálica, fibra A ou B,

poderia influenciar a compressibilidade. Por último, ratificar se os materiais particulados, carga 3 e carga 4, realmente são significativos para a compressibilidade a frio.

Em relação aos fatores associados ao processo de conformação a quente os fatores selecionados foram a temperatura do molde e a pressão usada durante o processamento da peça.

Portanto, selecionaram-se os fatores e níveis para a construção de um planejamento experimental fatorial fracionado do tipo 2^{5-1} , conforme tabela 7.

Tabela 07 – Fatores e níveis relacionados à composição e processo – DOE 1.

Fatores	Níveis	
	Baixo	Alto
1 - Matérias-primas		
A - Percentual da resina fenólica 2	12	18
B - Tipo de fibra metálica	Fibra A	Fibra B
C - Tipo de carga	Carga 3	Carga 4
2 - Variáveis de processo		
D - Pressão conformação a quente (MPa)	29,4	58,8
E - Temperatura do molde na conformação a quente (°C)	130	150

Optou-se pelo planejamento experimental fatorial fracionado como forma de investigar um número maior de fatores, sem que com isso se realize um número muito grande de experimentos. Neste caso foram desprezadas as interações de maior ordem (mais do que dois fatores).

A tabela 8, a seguir, apresenta as dezesseis formulações que fazem parte deste primeiro planejamento de experimentos, os fatores e seus respectivos níveis, bem como a ordem de execução dos experimentos, nas quais se observou o princípio da aleatoriedade, da replicação, foram conformadas 5 peças de cada formulação, e da blocagem, onde foram selecionados lotes únicos de cada uma das matérias-primas empregadas nos diferentes

experimentos, com o objetivo de reduzir as variações decorrentes da fonte de abastecimento e como forma de aumentar a sensibilidade dos experimentos.

No anexo I são apresentadas algumas propriedades físicas dos componentes codificados como fibra metálica A ou B, como resina fenólica 2 e como cargas 3 ou 4.

Tabela 8 – Delineamento de experimentos 1.

Formula nº	Ordem de execução	Fatores				
		A	B	C	D	E
		Percentual de resina vol. (%)	Tipo de fibra metálica	Tipo de carga	Pressão conformação (MPa)	Temperatura do molde (°C)
5223	2	12	A	3	29,4	150
5224	11	18	A	3	29,4	130
5225	16	12	B	3	29,4	130
5226	15	18	B	3	29,4	150
5227	4	12	A	4	29,4	130
5228	8	18	A	4	29,4	150
5229	12	12	B	4	29,4	150
5230	13	18	B	4	29,4	130
5231	3	12	A	3	58,8	130
5232	5	18	A	3	58,8	150
5233	14	12	B	3	58,8	150
5234	1	18	B	3	58,8	130
5235	9	12	A	4	58,8	150
5236	7	18	A	4	58,8	130
5237	6	12	B	4	58,8	130
5238	10	18	B	4	58,8	150

A tabela 9 apresenta a matriz dos coeficientes de contraste usada para o cálculo do efeito dos fatores e as suas interações de primeira ordem para um planejamento experimental fatorial fracionado 2^{5-1} , o erro padrão associado a cada resposta e os fatores que são significativos.

Para a determinação de quais fatores são significativos trabalhou-se com intervalos de confiança de 95%, utilizando-se da distribuição de Student [21]. A partir do valor do erro padrão foi determinada a significância do fator (J) ou de sua interação utilizando a expressão:

$$J = t \cdot S_{(efeito)} \quad (9)$$

Onde: t – valor do ponto da distribuição de Student para intervalo de confiança de 95%, e;

$S_{(efeito)}$ – erro padrão da resposta.

Um efeito é considerado significativo se o valor absoluto do efeito do fator ou interação for maior que o valor calculado de J .

Outra técnica para distinguir a significância dos efeitos é a construção gráfica normal (*half normal plot*), que nada mais é do que traçar um gráfico dos valores absolutos das estimativas de efeitos contra a probabilidade normal cumulativa.

Além do emprego de matrizes de contraste para o cálculo do efeito dos fatores e as suas interações, em paralelo utilizou-se o programa computacional para planejamento e análise de experimentos Design-Expert versão 5.0.9.

Utilizou-se a ferramenta computacional como forma de tornar mais ágil e eficiente à análise e interpretação dos resultados, através de figuras e gráficos disponíveis no programa computacional.

De acordo com os dados da tabela 9, a seguir, o efeito do tipo da fibra metálica, B, é o mais significativo para a resposta densidade específica do material de atrito. Em segundo lugar vem o efeito da pressão de conformação a quente, D. Todos os demais fatores e suas interações não se mostraram significativos para a densidade específica como resposta.

A figura 12 apresenta o gráfico dos valores absolutos dos efeitos e suas interações versus a probabilidade normal cumulativa dos mesmos para a resposta densidade específica. O gráfico também indica a existência de dois fatores significativos, B e D, tipo da fibra metálica e a pressão de conformação a quente, respectivamente. Os pontos centrais que se ajustam a uma reta são considerados como efeitos não significativos, enquanto que os pontos que estão afastados da reta são considerados significativos e estão identificados com suas letras dos efeitos que representam.

Tabela 9 – Matriz para cálculo dos efeitos – DOE 1.

Formu- la nº	Fatores															Respostas			
	A	B	C	D	E	A B	A C	A D	A E	B C	B D	B E	C D	C E	D E	Densi- dade especi- fica	Dure- za HR R	Com- pres- sibili- dade (µm)	Força máx. flexão (N)
5223	-1	-1	-1	-1	1	1	1	1	-1	1	1	-1	1	-1	-1	2,84	74	168	24,7
5224	1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	1	1	1	1	1	1	2,89	91	66	47,1
5225	-1	1	-1	-1	-1	-1	1	1	1	-1	-1	-1	1	1	1	3,08	80	80	20,6
5226	1	1	-1	-1	1	1	-1	-1	1	-1	-1	1	1	-1	-1	3,14	90	62	31,2
5227	-1	-1	1	-1	-1	1	-1	1	1	-1	1	1	-1	-1	1	2,76	68	175	20,1
5228	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	-1	1	-1	2,85	88	94	37,1
5229	-1	1	1	-1	1	-1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	3,02	69	159	14,2
5230	1	1	1	-1	-1	1	1	-1	-1	1	-1	-1	-1	-1	1	3,13	84	56	29,1
5231	-1	-1	-1	1	-1	1	1	-1	1	1	-1	1	-1	1	-1	3,03	83	89	35,6
5232	1	-1	-1	1	1	-1	-1	1	1	1	-1	-1	-1	-1	1	2,98	90	80	44,6
5233	-1	1	-1	1	1	-1	1	-1	-1	-1	1	1	-1	-1	1	3,19	74	148	19,7
5234	1	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	-1	1	-1	-1	1	-1	3,17	88	50	26,8
5235	-1	-1	1	1	1	1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	1	1	1	2,99	75	205	26,4
5236	1	-1	1	1	-1	-1	1	1	-1	-1	-1	1	1	-1	-1	3,06	97	62	52,6
5237	-1	1	1	1	-1	-1	-1	-1	1	1	1	-1	1	-1	-1	3,25	85	74	24,9
5238	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	3,26	94	55	35,6
Média																3,04	83	101	30,6
Percentual de resina															A	0,040	14,3	-71,6	14,7
Tipo de fibra metálica															B	0,230	-0,3	-31,9	-10,8
Tipo de carga															C	0,000	-1,3	17,4	-1,3
Pressão de conformação															D	0,153	5,3	-12,0	5,3
Temperatura do molde															E	-0,013	-2,8	39,9	-2,9
Percentual de resina & Tipo de fibra metálica															AB	0,000	-2,3	12,1	-3,9
Percentual de resina & Tipo de carga															AC	0,030	2,3	-14,6	2,5
Percentual de resina & Pressão conformação															AD	-0,038	-1,3	4,5	-1,5
Percentual de resina & Temperatura do molde															AE	0,007	3,3	-25,7	1,1
Tipo de fibra metálica & Tipo de carga															BC	0,020	1,3	-16,0	2,7
Tipo de fibra metálica & Pressão conformação															BD	-0,028	-0,8	4,5	-2,3
Tipo de fibra metálica & Temperatura do molde															BE	0,007	0,3	1,1	2,7
Tipo de carga & Pressão conformação															CD	0,048	5,3	-9,8	4,5
Tipo de carga & Temperatura do molde															CE	-0,007	0,8	-3,4	-0,4
Pressão conformação & Temperatura do molde															DE	-0,010	-2,3	13,4	-0,5
Erro Padrão																0,045	5,5	15,8	4,2
Significativo se maior que*																0,095	11,6	33,5	9,0

* Para t = 2,12, com 16 graus de liberdade e 95% de confiança.

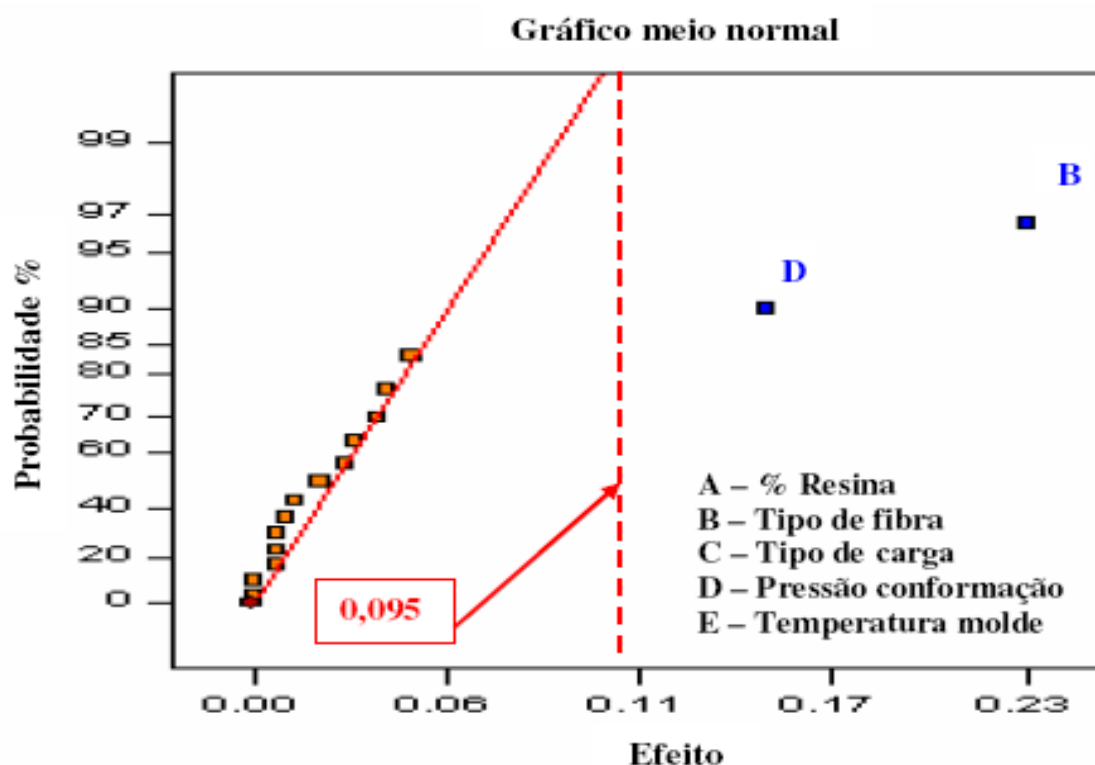


Figura 12 – Gráfico normal da densidade específica x fatores significantes – DOE 1.

A figura 13, a seguir, evidência o efeito da troca da fibra A pela fibra B sobre a densidade específica do material de atrito, passando de um valor de aproximadamente 2,93 para 3,10, respectivamente. Está alteração na densidade específica dos materiais de atrito provocada pela mudança das fibras já era esperada, já que a densidade da fibra A, 7,90 g/cm³, é menor do que a densidade da fibra B, 9,0 g/cm³.

Pode-se constatar na figura 14, a seguir, que a mudança de pressão de conformação a quente possui influência sobre a densidade específica dos materiais de atrito deste experimento. Observa-se que, se utilizando uma pressão de conformação a quente de 29,4 MPa, obtém-se materiais de atrito com densidade específica de aproximadamente 2,95, e para a pressão de conformação a quente de 58,8 MPa obtém-se materiais de atrito com densidade específica de aproximadamente 3,10. Esta mudança na densidade específica não causa surpresa, pois, espera-se um maior grau de compactação do compósito e da matriz polimérica, a resina fenólica, com o aumento da pressão de conformação a quente. Na indústria utilizam-se pressões de conformação mais elevadas como forma de reduzir as taxas de desgaste dos materiais de atrito e como consequência obtém-se materiais com maior densidade.

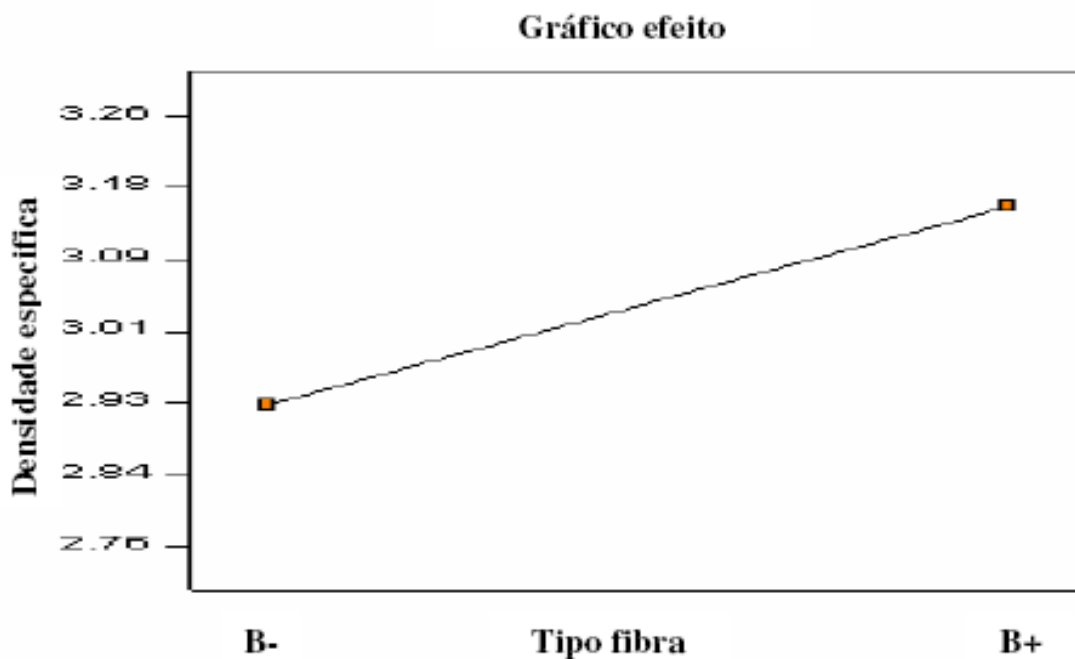


Figura 13 – Gráfico da variação da densidade específica em função da mudança do tipo de fibra metálica – DOE 1.



Figura 14 – Gráfico da variação da densidade específica em função dos níveis de pressão de conformação a quente – DOE 1.

As análises da tabela 9 e da figura 15 mostram que o fator A, percentual de resina, possui significância sobre a dureza Rockwell R (HRR) dos materiais de atrito deste experimento.

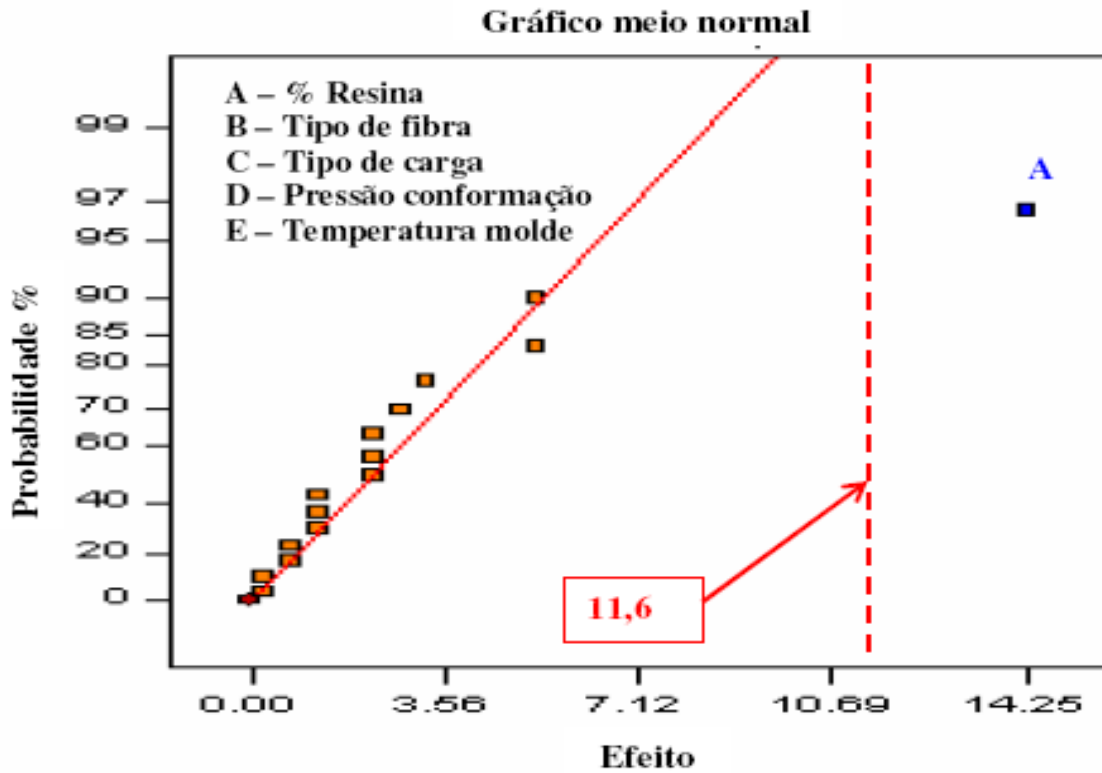


Figura 15 – Gráfico normal da dureza HRR x fatores significantes – DOE 1.

A figura 16, a seguir, apresenta o gráfico da variação da dureza em função do percentual de resina. Para 12% em volume de resina tem-se uma dureza de aproximadamente 75 HRR e, para um percentual de 18% de resina, tem-se uma dureza de aproximadamente 90 HRR. Ou seja, o aumento da quantidade da resina representa um aumento de dureza do material de atrito.

Pode-se afirmar que esta resposta, dureza Rockwell R para os materiais de atrito, dentro da faixa investigada pelo estudo, possui uma dependência muito forte da quantidade de resina usada na preparação do compósito. Segundo Silva [29] e Cho et al [30], uma redução do percentual de resina fenólica representa um aumento da porosidade e do tamanho dos poros do material de atrito e como consequência menor será a sua resistência a formação de uma marca permanente no material, o que equivale dizer que menor será a sua dureza.

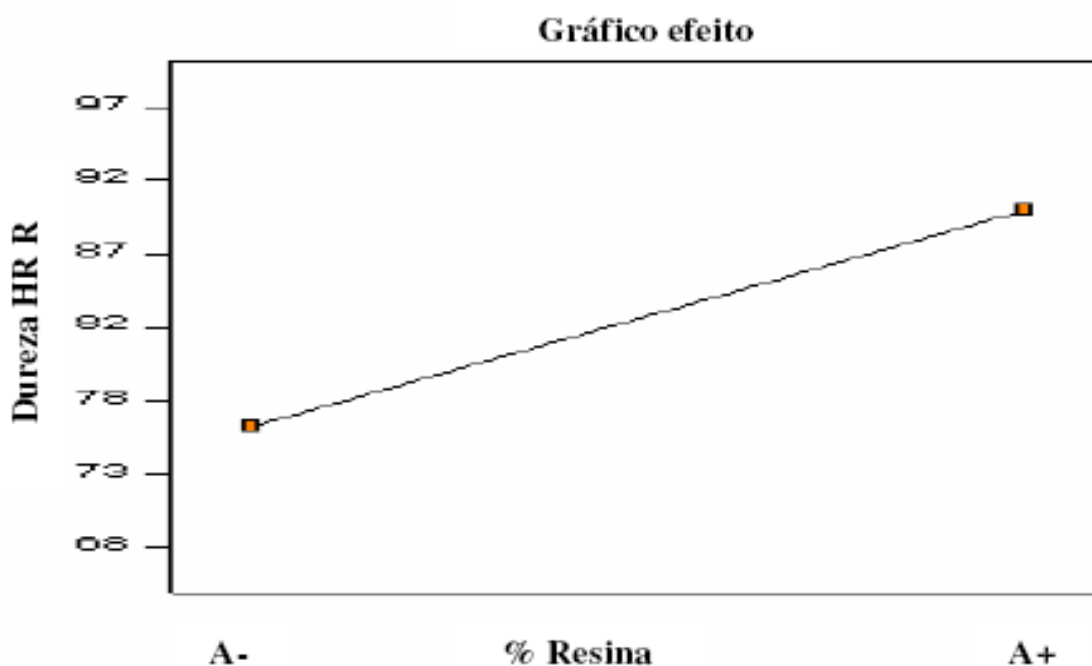


Figura 16 – Gráfico da variação da dureza HRR em função dos níveis de percentual de resina – DOE 1.

Os dados apresentados pela tabela 9 e pela figura 17, a seguir, evidenciam a grande influência do fator A, percentual de resina, e numa escala menor do fator E, temperatura do molde de conformação a quente, sobre a compressibilidade a frio dos materiais de atrito que fazem parte deste experimento. Os valores de compressibilidade a frio apresentaram variações de resultados realmente significativas entre as diferentes formulações, variando de aproximadamente 50 μm até aproximadamente 200 μm .

A figura 18, a seguir, mostra de forma gráfica que o aumento do percentual volumétrico de resina nos materiais de atrito provoca uma redução da compressibilidade a frio dos mesmos. Portanto, pode-se dizer que a compressibilidade a frio dos materiais de atrito é inversamente proporcional ao percentual de resina. Para 12% de resina tem-se um valor de compressibilidade a frio de aproximadamente 130 μm e para 18% de resina tem-se um valor de compressibilidade de aproximadamente 60 μm . Identicamente ao caso da dureza HRR, segundo Silva [29] e Cho et al [30], a redução da quantidade de resina provoca um aumento da porosidade e do tamanho dos poros e como a compressibilidade a frio mede a deflexão que a pastilha sofre sob pressão, espera-se um aumento da compressibilidade com a redução da quantidade de resina fenólica no compósito.

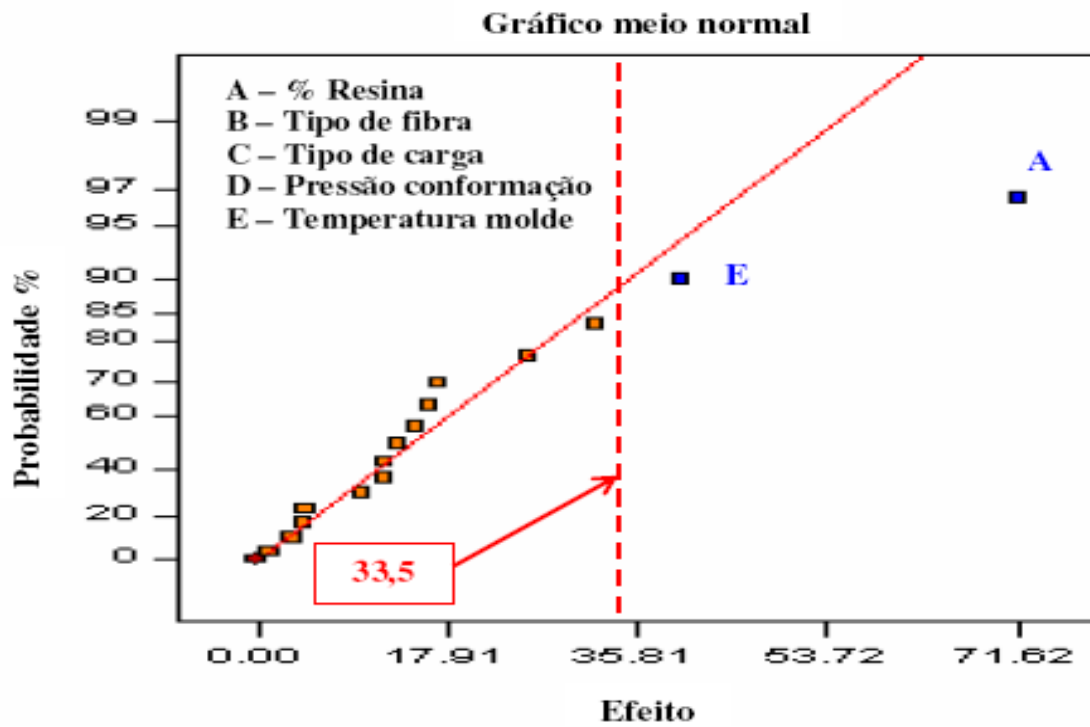


Figura 17 – Gráfico normal da compressibilidade a frio x fatores significantes – DOE

1.

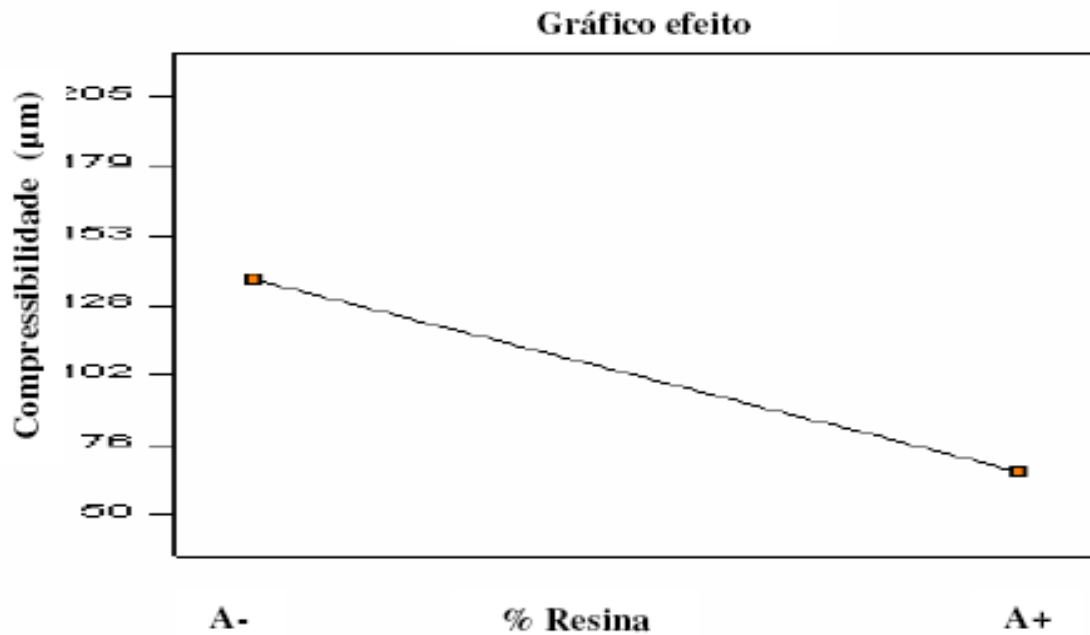


Figura 18 – Gráfico da variação da compressibilidade a frio em função dos níveis de percentual de resina – DOE 1.

A figura 19 mostra de forma gráfica que o aumento da temperatura do molde durante a conformação a quente dos materiais de atrito provoca um aumento da compressibilidade a frio dos mesmos. As mudanças dos níveis de temperatura não se mostram tão fortes quanto à mudança dos níveis de percentual de resina. Para a temperatura de 130° C tem-se a compressibilidade a frio de aproximadamente 80 μm e para a temperatura de 150° C tem-se uma compressibilidade a frio de aproximadamente 120 μm . Esse aumento da compressibilidade do material de atrito com o aumento da temperatura do molde não está em conformidade com a redução observada no tempo de cura da resina fenólica 2 com o aumento da temperatura, ver gráfico no anexo I, contudo, o comportamento do índice de fluidez da resina 2 em função da temperatura, ver gráfico no anexo I, mostra uma zona de pequena oscilação do índice de fluidez entre as temperaturas de 130° e 150° C, o que pode justificar esse aumento da compressibilidade. A expectativa seria de uma redução da compressibilidade com o aumento da temperatura.

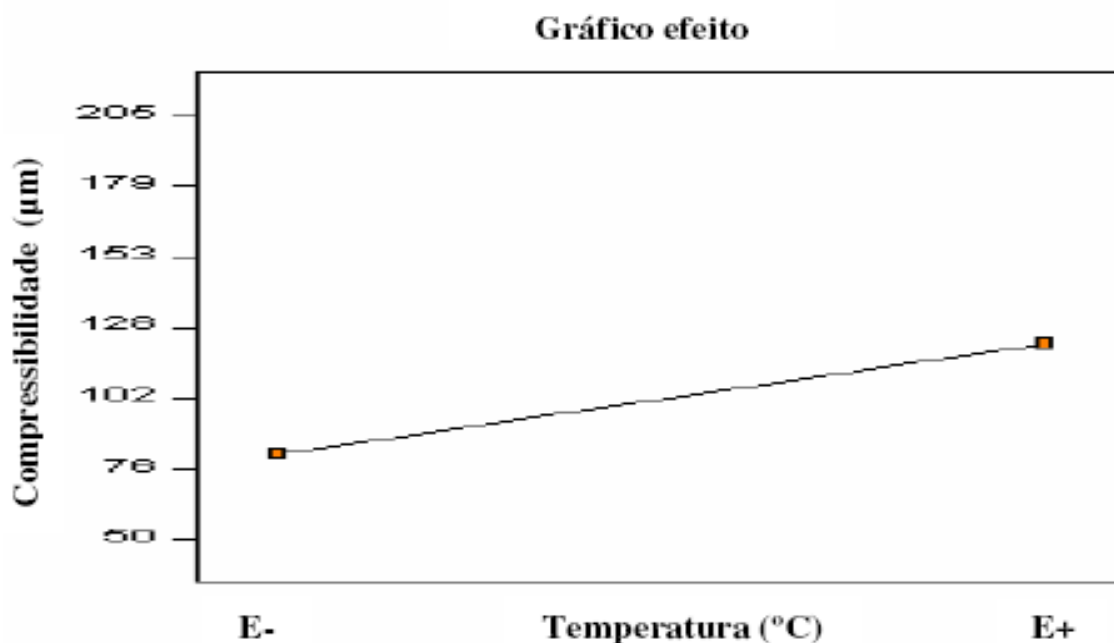


Figura 19 – Gráfico da variação da compressibilidade a frio em função da temperatura do molde – DOE 1.

As análises da tabela 9 e da figura 20, a seguir, mostram que a força máxima de flexão em três pontos dos materiais de atrito, dentro da faixa experimental investigada neste estudo, é influenciada pelos fatores A, percentual de resina fenólica usada na formulação, e o B, o tipo da fibra metálica.

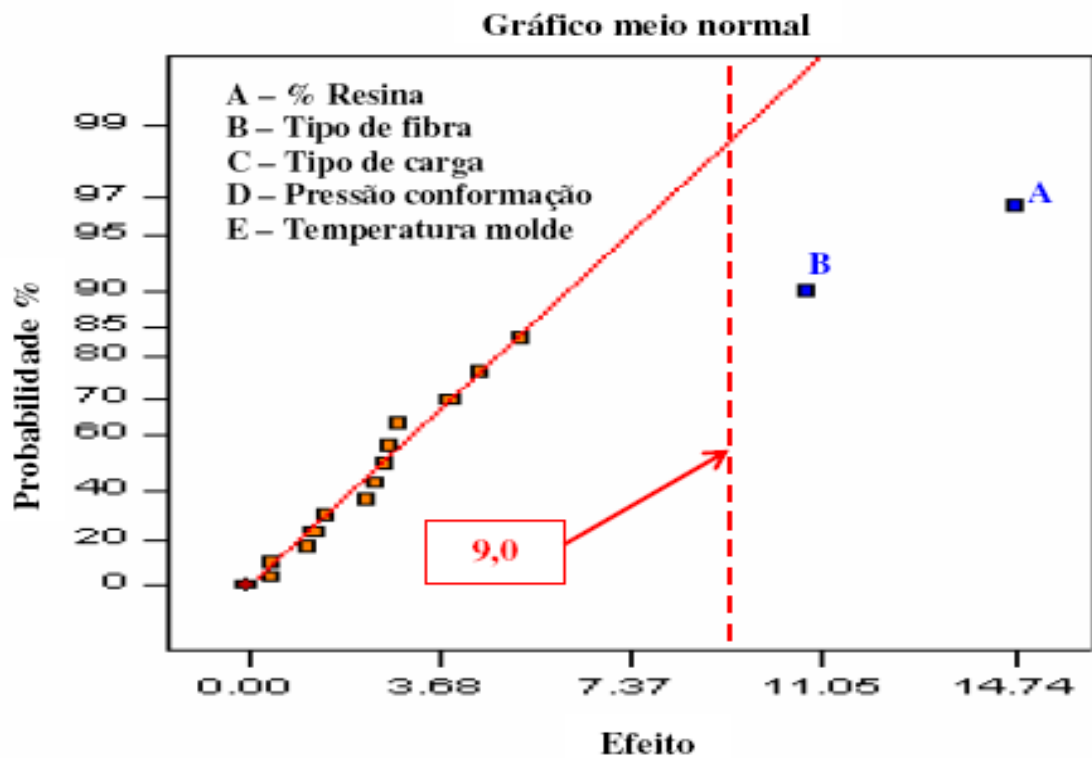


Figura 20 – Gráfico normal da força máxima de flexão em três pontos x fatores significantes – DOE 1.

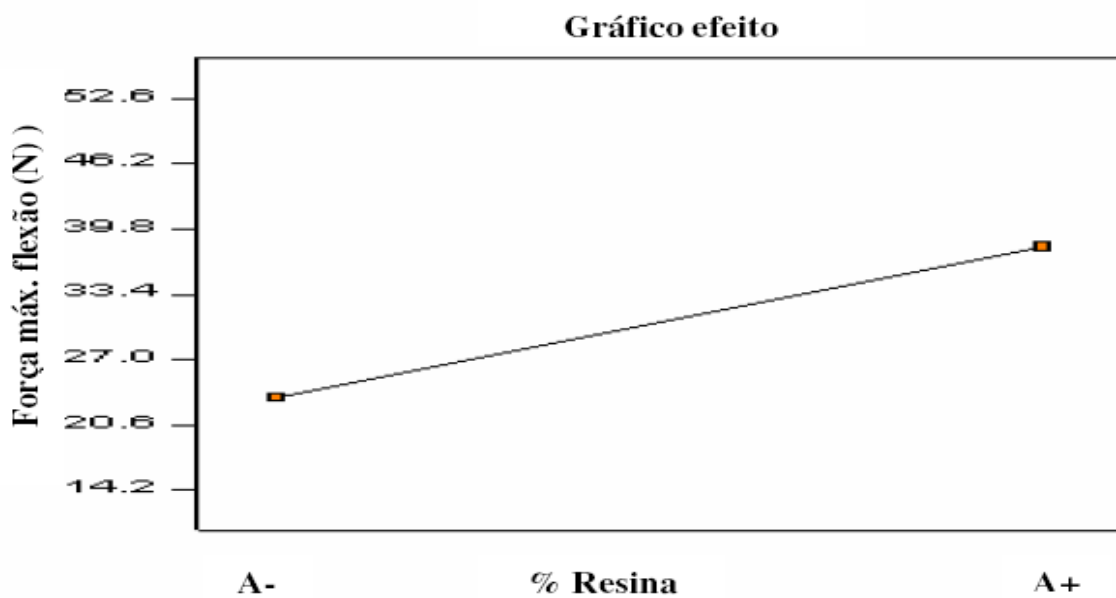


Figura 21 – Gráfico da variação da força máxima de flexão em três pontos em função dos níveis de percentual de resina – DOE 1.

Pode-se constatar na figura 21 que o aumento do percentual de resina possui influência sobre a força máxima de flexão dos materiais de atrito deste experimento. Observa-se que se utilizando uma menor quantidade de resina, 12%, obtêm-se materiais de atrito com força máxima de flexão de aproximadamente 23 N, e para uma maior quantidade de resina, 18%, obtêm-se materiais de atrito com força máxima de flexão de aproximadamente 36 N, pois, segundo Casaril [9], para os materiais de atrito produzidos a partir de resinas fenólicas que apresentam deformação muito pequena (~1-2%) a ruptura da matriz é o fator limitador da resistência à ruptura do material compósito, e como consequência quanto maior a quantidade de resina no compósito, maior será a resistência mecânica do mesmo, até o limite da matriz polimérica.

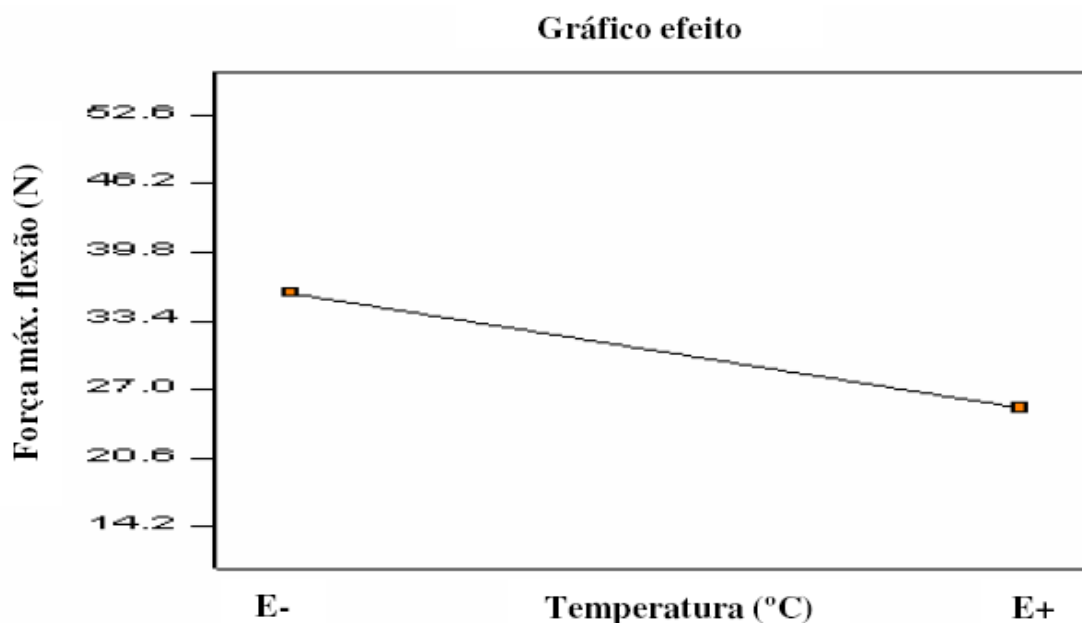


Figura 22 – Gráfico da variação da força máxima de flexão em três pontos em função do tipo de fibra metálica – DOE 1.

A figura 22 evidencia o efeito da troca da fibra A pela fibra B sobre a força máxima de flexão do material de atrito, passando de um valor de aproximadamente 35 para 25 N, respectivamente. Estes resultados indicam que a efetividade de recobrimento da fibra A pela matriz é mais intensa do que da fibra B, o que provoca um aumento da resistência interfacial fibra/matriz [12].

Com o objetivo de se verificar o comportamento do coeficiente de atrito das diferentes formulações executadas neste delineamento de experimentos realizou-se 2 ensaios do tipo SAE J661a para cada formulação. A figura 23, a seguir, apresenta um resumo de todas as curvas de atrito obtidas para as formulações deste primeiro DOE.

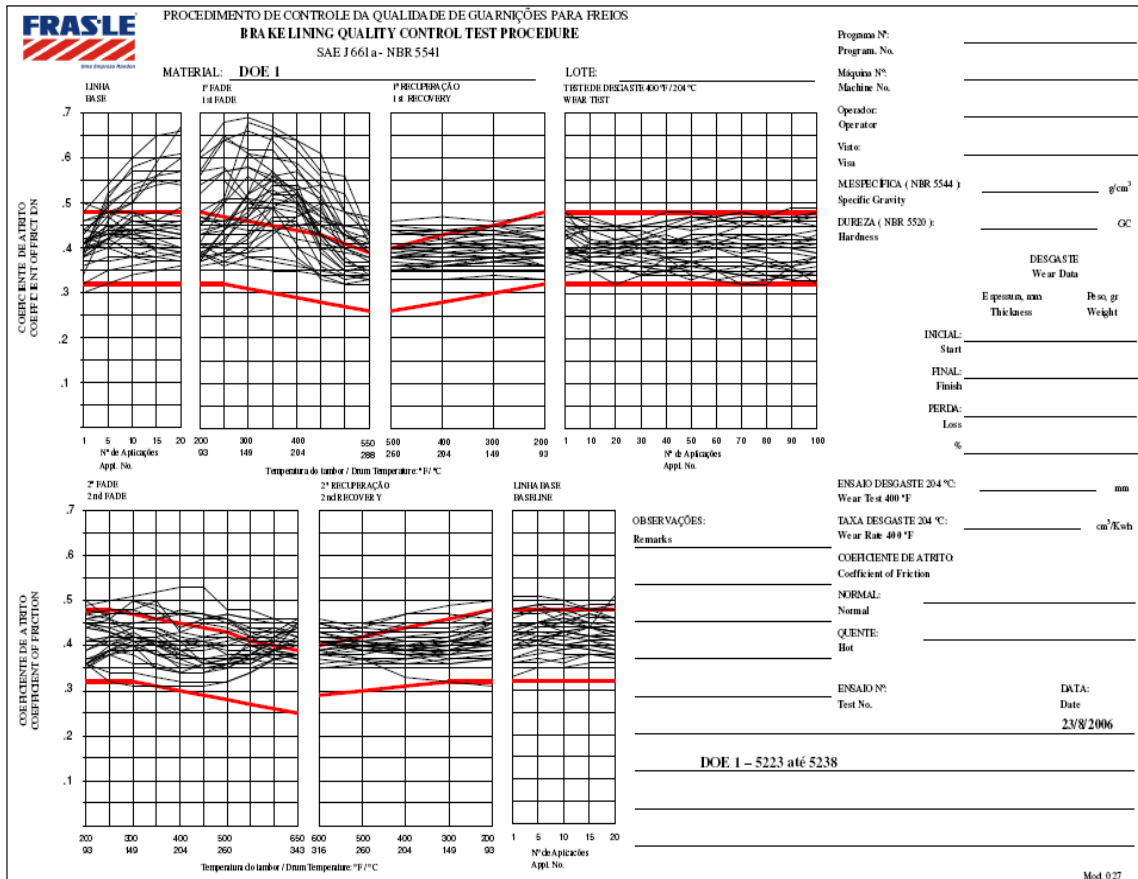


Figura 23 – Gráfico do ensaio SAE J661a – DOE 1.

A figura revela uma variação bastante grande do comportamento do atrito nas duas primeiras etapas do teste, linha base e primeiro fade. Para as demais etapas do teste observa-se um comportamento bem mais uniforme. Entende-se que a maior dispersão das duas primeiras etapas esteja associada ao acomodamento da amostra, chamado assentamento, e que as interações tribológicas entre a amostra e o contra material, neste caso, o tambor, ainda não são efetivas o suficiente para formar o terceiro corpo.

Contudo os ensaios SAE J661a revelam que as formulações apresentaram um comportamento clássico de materiais de atrito, mesmo com todas as variações empregadas nas diferentes formulações deste primeiro DOE.

Em relação a taxa de desgaste dos materiais, que também faz parte do ensaio SAE J661a, esta resposta foi desconsiderada neste trabalho, pois, os valores obtidos se mostraram pouco representativos, ou seja, as taxas de desgaste foram muito baixas.

De modo geral, pode-se dizer que o delineamento de experimentos fracionado, DOE 1, serviu para indicar que a compressibilidade a frio dos materiais de atrito não sofrem influência da pressão aplicada durante a etapa de conformação a quente, dentro da faixa experimental investigada neste estudo.

Por outro lado, não foram encontradas correlações importantes entre as respostas neste primeiro delineamento de experimentos, conforme pode ser constatado pela análise dos gráficos contidos no anexo II. Contudo, percebe-se uma pequena interação entre a dureza HRR e a compressibilidade a frio.

O DOE fracionado facilita a investigação de um número maior de fatores, contudo, a análise das interações entre os fatores fica prejudicada. Com isso, decidiu-se investigar com maior profundidade os fatores que mostraram ter significância relativa sobre a compressibilidade a frio neste primeiro DOE utilizando-se para isto um DOE completo.

4.3 Delineamento de experimentos completo – DOE 2

Com base nos resultados obtidos nos experimentos anteriormente realizados, selecionaram-se os seguintes fatores, conforme tabela 10, para a construção de um planejamento experimental fatorial completo do tipo 2^4 .

Tabela 10 – Fatores e níveis relacionados à composição e processo – DOE 2.

Fatores	Níveis	
	Baixo	Alto
1 - Matérias-primas		
A - Percentual da resina fenólica 2	12	18
B - Tipo de fibra metálica	Fibra A	Fibra B
C - Tipo de carga	Carga 3	Carga 4
2 - Variáveis de processo		
D - Temperatura do molde na conformação a quente (°C)	130	150

Optou-se pelo planejamento experimental fatorial completo como forma de investigar em detalhes os efeitos dos fatores e todas as suas possíveis interações.

O objetivo deste segundo DOE é o de corroborar a significância dos fatores testados no primeiro DOE e ao mesmo tempo investigar em detalhes as possíveis interações entre os mesmos em relação às respostas, densidade específica, dureza HRR, compressibilidade a frio e a força máxima de flexão em três pontos.

A tabela 11 apresenta as dezesseis formulações que fazem parte deste segundo planejamento de experimentos, os fatores selecionados e seus respectivos níveis, bem como a ordem de execução dos experimentos, nas quais também se observou os princípios da aleatoriedade, da replicação e da blocagem.

Tabela 11 – Delineamento de experimentos 2.

Formula n°	Ordem de execução	Fatores			
		A	B	C	D
		Percentual de resina vol. (%)	Temperatura do molde (°C)	Tipo de fibra metálica	Tipo de carga
5296	12	12	130	A	3
5297	11	18	130	A	3
5298	1	12	150	A	3
5299	5	18	150	A	3
5300	8	12	130	B	3
5301	6	18	130	B	3
5302	10	12	150	B	3
5303	13	18	150	B	3
5304	15	12	130	A	4
5305	9	18	130	A	4
5306	4	12	150	A	4
5307	3	18	150	A	4
5308	7	12	130	B	4
5309	14	18	130	B	4
5310	16	12	150	B	4
5311	2	18	150	B	4

Tabela 12 – Matriz para cálculo dos efeitos – DOE 2.

Formu- la n°	Fatores															Respostas			
	A	B	C	D	A B	A C	A D	B C	B D	C D	A B C	A B D	A C D	B C D	A B C D	Densi- dade especi- fica	Dure- za (HR R)	Com- pres- sibil. (µm)	Força máx. flexão (N)
5296	-1	-1	-1	-1	1	1	1	1	1	1	-1	-1	-1	-1	1	2,94	84	100	36,1
5297	1	-1	-1	-1	-1	-1	-1	1	1	1	1	1	1	-1	-1	2,94	97	80	49,1
5298	-1	1	-1	-1	-1	1	1	-1	-1	1	1	1	-1	1	-1	3,01	87	155	30,0
5299	1	1	-1	-1	1	-1	-1	-1	-1	1	-1	-1	1	1	1	2,98	93	87	47,6
5300	-1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	1	1	-1	3,20	85	92	19,6
5301	1	-1	1	-1	-1	1	-1	-1	1	-1	-1	1	-1	1	1	3,16	91	79	29,2
5302	-1	1	1	-1	-1	-1	1	1	-1	-1	-1	1	1	-1	1	3,20	78	167	18,7
5303	1	1	1	-1	1	1	-1	1	-1	-1	1	-1	-1	-1	-1	3,18	95	71	29,5
5304	-1	-1	-1	1	1	1	-1	1	-1	-1	-1	1	1	1	-1	2,98	88	92	36,4
5305	1	-1	-1	1	-1	-1	1	1	-1	-1	1	-1	-1	1	1	2,97	84	77	56,8
5306	-1	1	-1	1	-1	1	-1	-1	1	-1	1	-1	1	-1	1	3,02	83	196	29,5
5307	1	1	-1	1	1	-1	1	-1	1	-1	-1	1	-1	-1	-1	3,06	100	84	52,8
5308	-1	-1	1	1	1	-1	-1	-1	-1	1	1	1	-1	-1	1	3,25	94	74	26,0
5309	1	-1	1	1	-1	1	1	-1	-1	1	-1	-1	1	-1	-1	3,25	101	62	35,9
5310	-1	1	1	1	-1	-1	-1	1	1	1	-1	-1	-1	1	-1	3,23	89	108	22,6
5311	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	3,26	98	75	32,8
Média																3,10	90	100	34,5
Percentual de resina														A	-0,004	8,9	-46,1	14,4	
Temperatura do molde														B	0,031	-0,1	35,9	-3,2	
Tipo de fibra metálica														C	0,229	1,9	-17,9	-15,5	
Tipo de carga														D	0,051	3,4	-7,9	4,1	
Percentual de resina & Temperatura do molde														AB	0,009	3,4	-31,1	1,1	
Percentual de resina & Tipo de fibra metálica														AC	-0,004	0,9	7,6	-4,2	
Percentual de resina & Tipo de carga														AD	0,019	-1,6	3,1	1,6	
Temperatura do molde & Tipo de fibra metálica														BC	-0,029	-2,6	-7,4	1,4	
Temperatura do molde & Tipo de carga														BD	-0,001	0,9	3,6	-1,2	
Tipo de fibra metálica & Tipo de carga														CD	0,011	4,9	-14,6	0,9	
Percentual resina & Temperatura molde & Tipo fibra														ABC	0,004	-0,1	5,1	-0,7	
Percentual resina & Temperatura molde & Tipo carga														ABD	0,011	2,4	1,6	-0,3	
Percentual de resina & Tipo de fibra & Tipo de carga														ACD	0,004	-0,1	12,9	-1,6	
Temperatura & Tipo de fibra & Tipo de carga														BCD	-0,006	-2,1	-8,6	-0,3	
Todos os fatores														ABCD	-0,009	-4,6	13,9	0,1	
Erro Padrão																0,065	3,3	14,1	3,8
Significativo se maior que*																0,14	6,9	30,0	8,1

* Para t = 2,12, com 16 graus de liberdade e 95% de confiança.

Em paralelo também se utilizou o programa computacional para planejamento e análise de experimentos Design-Expert versão 5.0.9, e os gráficos dos valores absolutos das estimativas de efeitos contra a probabilidade normal cumulativa.

A tabela 12 apresenta a matriz dos coeficientes de contraste usada para o cálculo do efeito dos fatores e todas as suas interações para um planejamento experimental fatorial completo do tipo 2^4 , o erro padrão associado a cada resposta e os fatores que são significativos.

Para a determinação de quais fatores são significativos, trabalhou-se com intervalos de confiança de 95%, utilizando-se da distribuição de Student. A partir do valor do erro padrão foi determinada a significância do fator (J) conforme a expressão (9).

Analisando os valores dos efeitos mostrados na tabela 10 e na figura 24 para a resposta densidade especifica do material de atrito, notou-se que o único fator que apresenta significância é o tipo de fibra metálica, C. Todos os demais fatores e suas interações não são significativos dentro da faixa experimental investigada por este trabalho. Este resultado esta de acordo com o primeiro DOE.

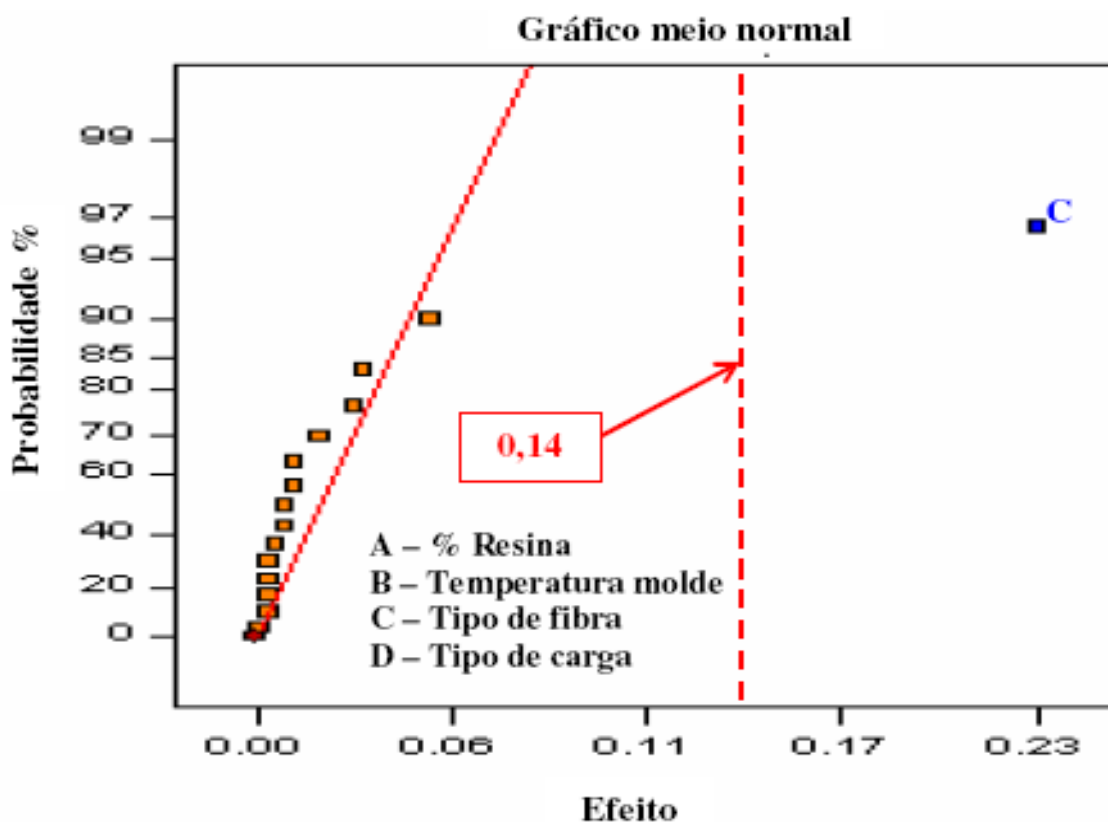


Figura 24 – Gráfico normal da densidade especifica x fatores significantes – DOE 2.

A figura 25, a seguir, evidencia o efeito da troca da fibra A pela fibra B sobre a densidade específica do material de atrito, passando de um valor de aproximadamente 3,00 para 3,20, respectivamente. Esta alteração na densidade específica dos materiais de atrito provocada pela mudança das fibras já era esperada, já que a densidade da fibra A, 7,9 g/cm³, é menor do que a densidade da fibra B, 9,0 g/cm³.

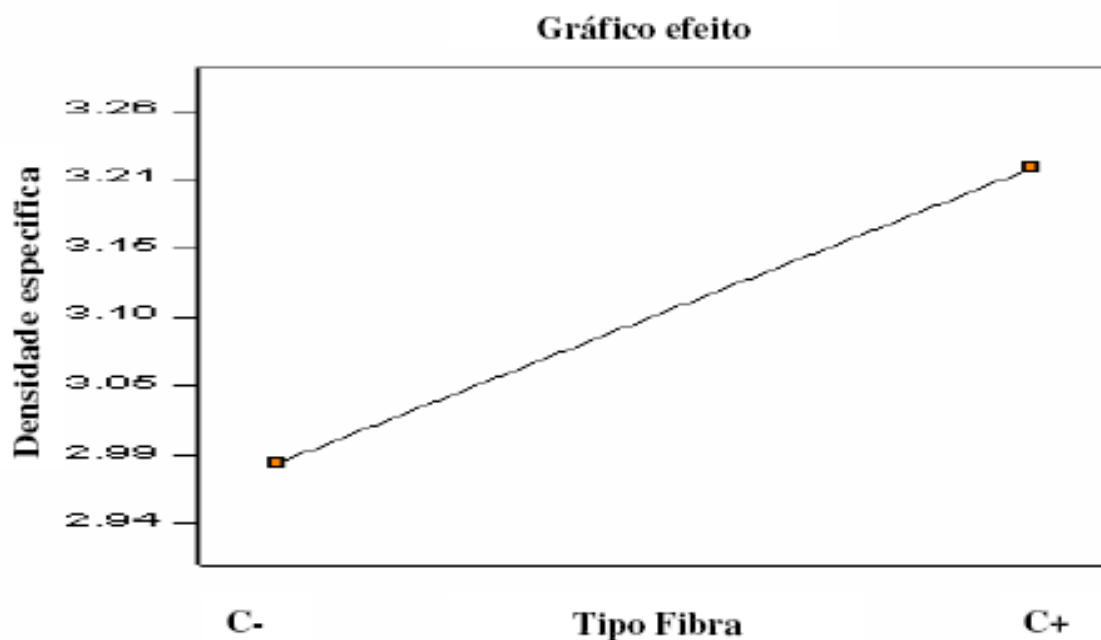


Figura 25 – Gráfico da variação da densidade específica em função da mudança do tipo de fibra metálica – DOE 2.

De acordo com os dados da tabela 12 e da figura 26, a seguir, o fator percentual de resina, A, possui influência significativa sobre a dureza Rockwell R dos materiais de atrito deste experimento. Todos os demais fatores e suas interações não são significativos dentro da faixa experimental investigada por este trabalho. Este resultado está de acordo com o primeiro DOE e corrobora o que foi encontrado no DOE 1.

A figura 27, a seguir, apresenta o gráfico da variação da dureza HRR em função do percentual de resina. Elas se relacionam da seguinte forma: para 12% em volume de resina tem-se uma dureza de aproximadamente 85 HRR e para um percentual de 18% de resina tem-se uma dureza de aproximadamente 93 HRR, ou seja, o aumento da quantidade da resina representa um aumento de dureza do material de atrito.

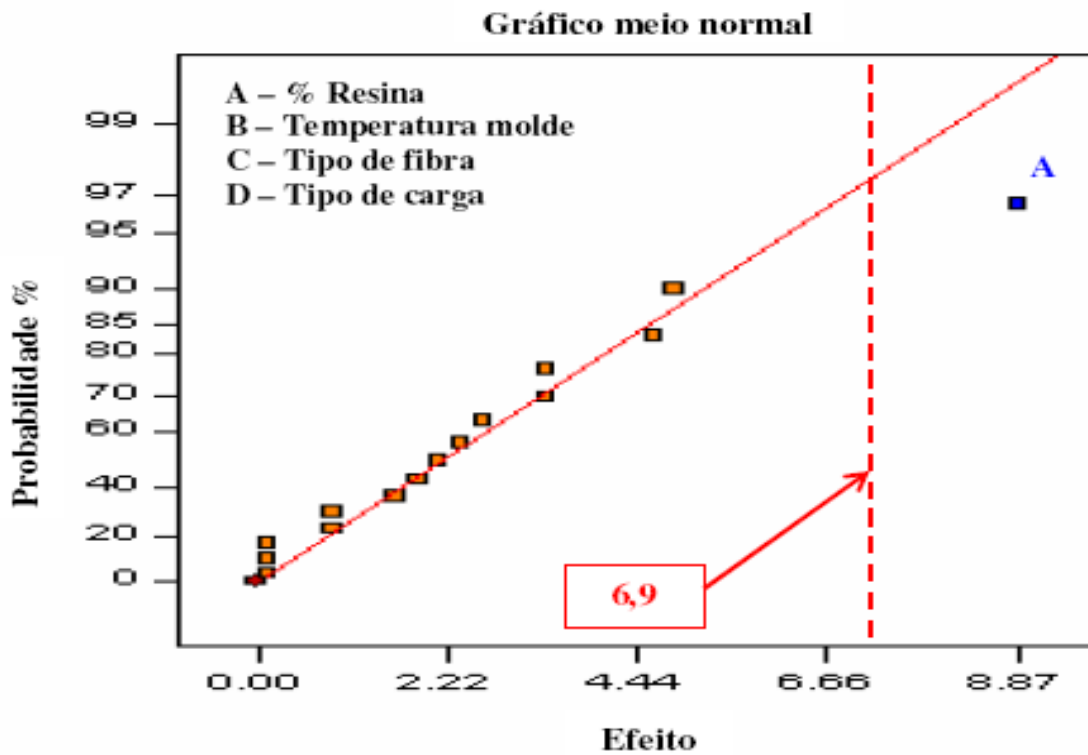


Figura 26 – Gráfico normal da dureza HRR x fatores significantes – DOE 2.

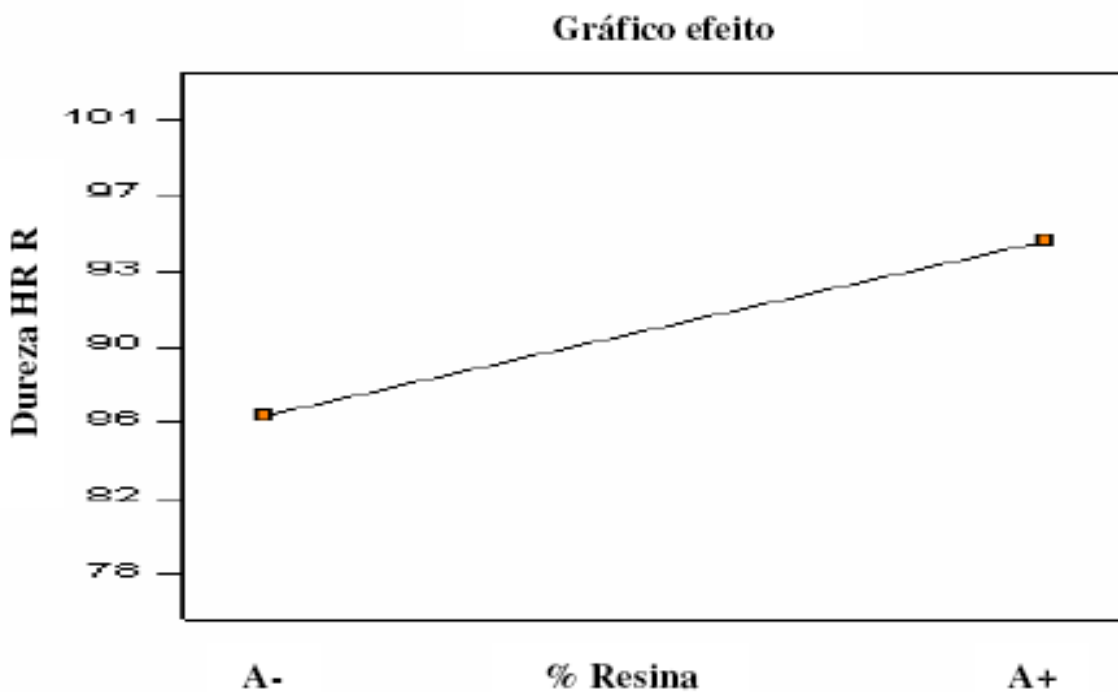


Figura 27 – Gráfico da variação da dureza HR em função dos níveis de percentual de resina – DOE 2.

Da mesma forma como foi mostrado no primeiro DOE, pode-se afirmar que esta resposta, dureza Rockwell R para os materiais de atrito, dentro da faixa investigada pelo estudo, possui uma dependência muito forte da quantidade de resina e segundo Silva [29] e Cho et al [30], uma redução do percentual de resina fenólica representa um aumento da porosidade e do tamanho dos poros do material de atrito e como consequência menor será a sua dureza.

De acordo com os dados apresentados pela tabela 12 e pela figura 28, a seguir, o efeito do percentual de resina, A, é o mais significativo para a resposta compressibilidade a frio. Em segundo lugar vem o efeito da temperatura do molde durante a conformação a quente, B. Em terceiro lugar vem o efeito da interação entre os fatores percentual de resina e a temperatura do molde de conformação a quente, AB. Todos os demais fatores e suas interações não se mostraram significativos.

Os valores de compressibilidade a frio apresentaram variações de resultados realmente significativas entre as diferentes formulações, variando de aproximadamente 60 μm até aproximadamente 200 μm .

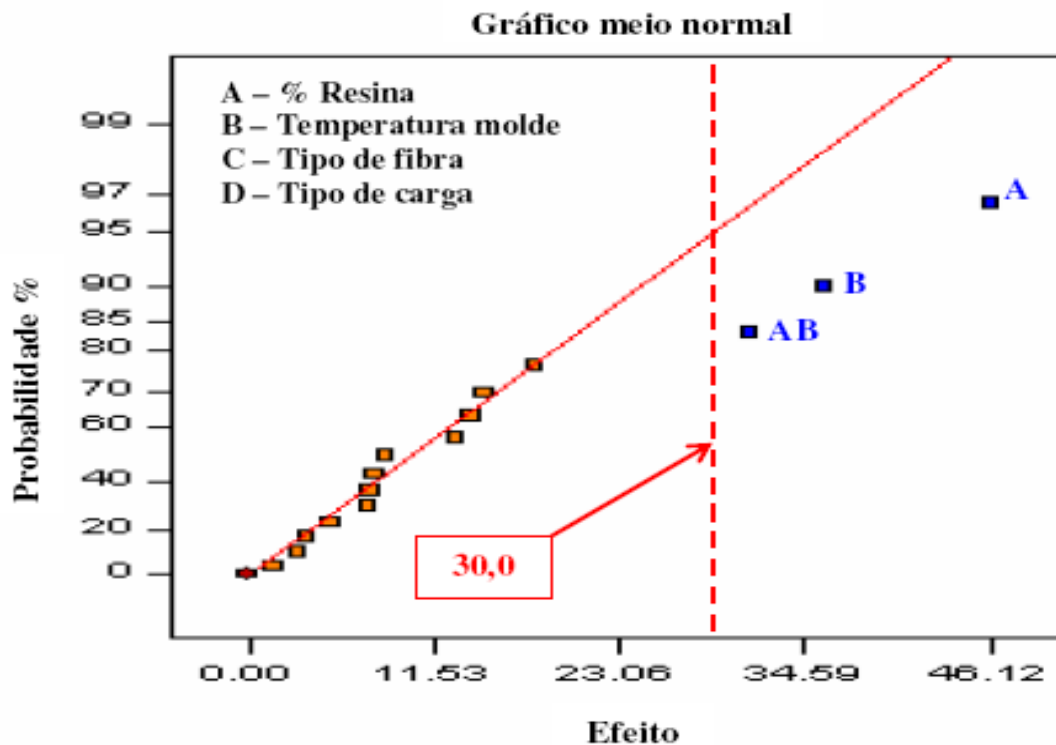


Figura 28 – Gráfico normal da compressibilidade a frio x fatores significantes – DOE

2.

A figura 29 mostra de forma gráfica que o aumento do percentual volumétrico de resina nos materiais de atrito provoca uma redução da compressibilidade a frio dos mesmos. Portanto, pode-se dizer que a compressibilidade a frio dos materiais de atrito é inversamente proporcional ao percentual de resina. Para 12% de resina tem-se um valor de compressibilidade a frio de aproximadamente 125 μm e para 18% de resina tem-se um valor de compressibilidade de aproximadamente 70 μm . Identicamente ao caso da dureza HRR, segundo Silva [29] e Cho, et al [30], a redução da quantidade de resina provoca um aumento da porosidade e aumento do tamanho dos poros e como a compressibilidade a frio mede a deflexão que a pastilha sofre sob pressão, espera-se um aumento da compressibilidade com a redução da quantidade de resina fenólica no compósito.

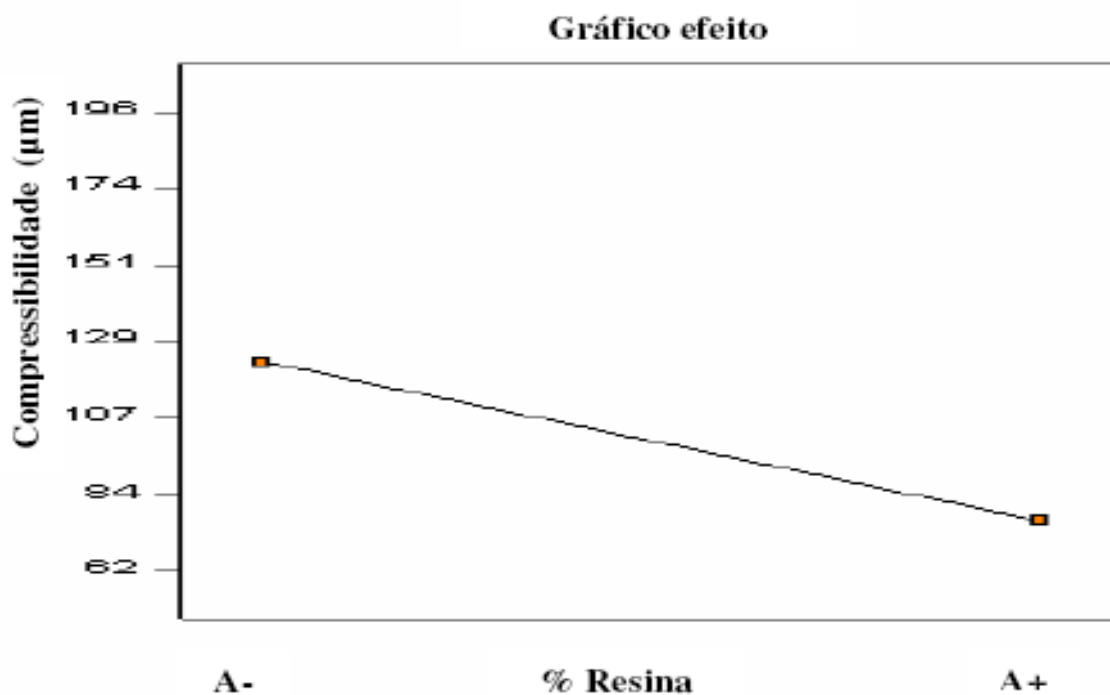


Figura 29 – Gráfico da variação da compressibilidade a frio em função dos níveis de percentual de resina – DOE 2.

A figura 30, a seguir, indica de forma gráfica que o aumento da temperatura do molde durante a conformação a quente dos materiais de atrito provoca um pequeno aumento da compressibilidade a frio dos mesmos. As mudanças dos níveis de temperatura mostraram o seguinte comportamento: para a temperatura de 130° C tem-se a compressibilidade a frio de aproximadamente 80 μm e para a temperatura de 150° C tem-se uma compressibilidade a

frio de aproximadamente 110 μm . Da mesma forma que no DOE 1, esse aumento da compressibilidade do material de atrito com o aumento da temperatura do molde não está em conformidade com a redução observada no tempo de cura da resina fenólica 2 com o aumento da temperatura, ver gráfico no anexo I, contudo, o comportamento do índice de fluidez da resina 2 em função da temperatura, ver gráfico no anexo I, mostra uma zona de pequena oscilação do índice de fluidez entre as temperaturas de 130° e 150° C, o que pode justificar esse aumento da compressibilidade. A expectativa seria de uma redução da compressibilidade com o aumento da temperatura.

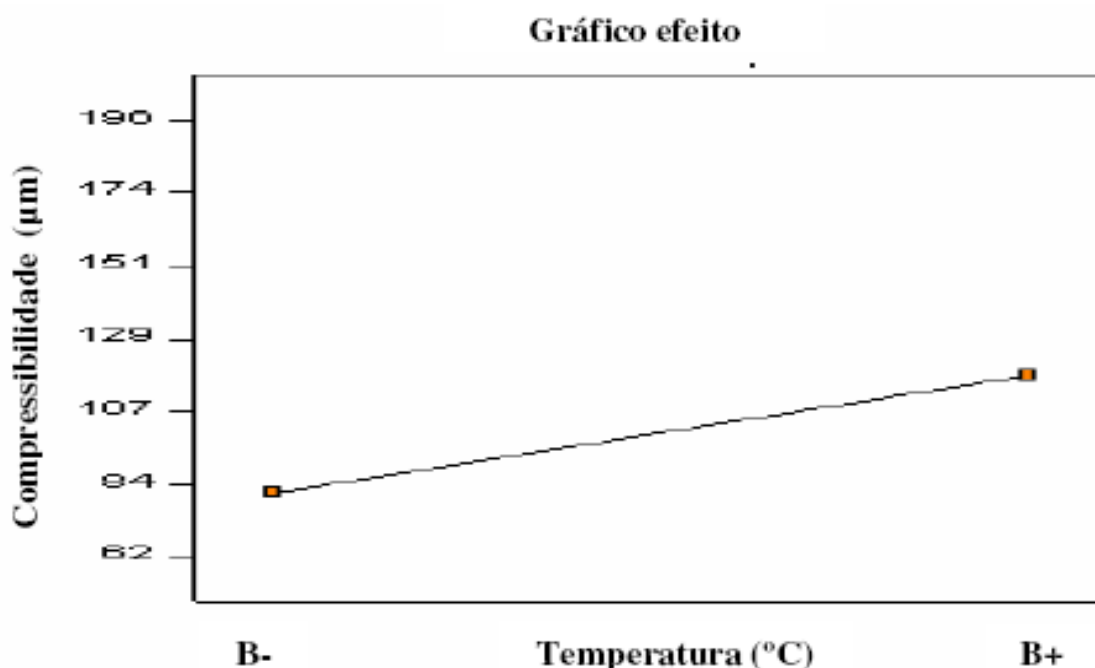


Figura 30 – Gráfico da variação da compressibilidade a frio em função da temperatura do molde – DOE 2.

A interação entre os fatores percentual de resina e a temperatura do molde de conformação a quente, AB, é apresentada de forma gráfica a seguir na figura 31 para a compressibilidade a frio.

A análise indica que não existem variações significativas do valor de compressibilidade a frio quando se trabalha com o maior nível do percentual de resina, 18%, independentemente da temperatura utilizada no molde de conformação a quente. Contudo, quando se trabalha com o percentual de resina no seu nível mais baixo, 12%, a variação da temperatura do molde de conformação a quente mostra-se muito significativa

para a compressibilidade a frio. Essa interação de fatores é muito importante para a indústria de materiais de atrito, pois, fica evidente que para se reduzir a variabilidade da compressibilidade são necessários, primeiramente um controle rígido sobre a composição do material de atrito, utilização da quantidade exata de resina fenólica, e associado a isso, é muito importante que se faça um controle rígido da temperatura do molde durante a etapa de conformação a quente, caso contrário a variabilidade da compressibilidade a frio será inaceitável. Uma grande variação da compressibilidade pode comprometer a performance do material de atrito, principalmente em relação a taxa de desgaste, a resistência mecânica e a ocorrência de ruído durante a frenagem.

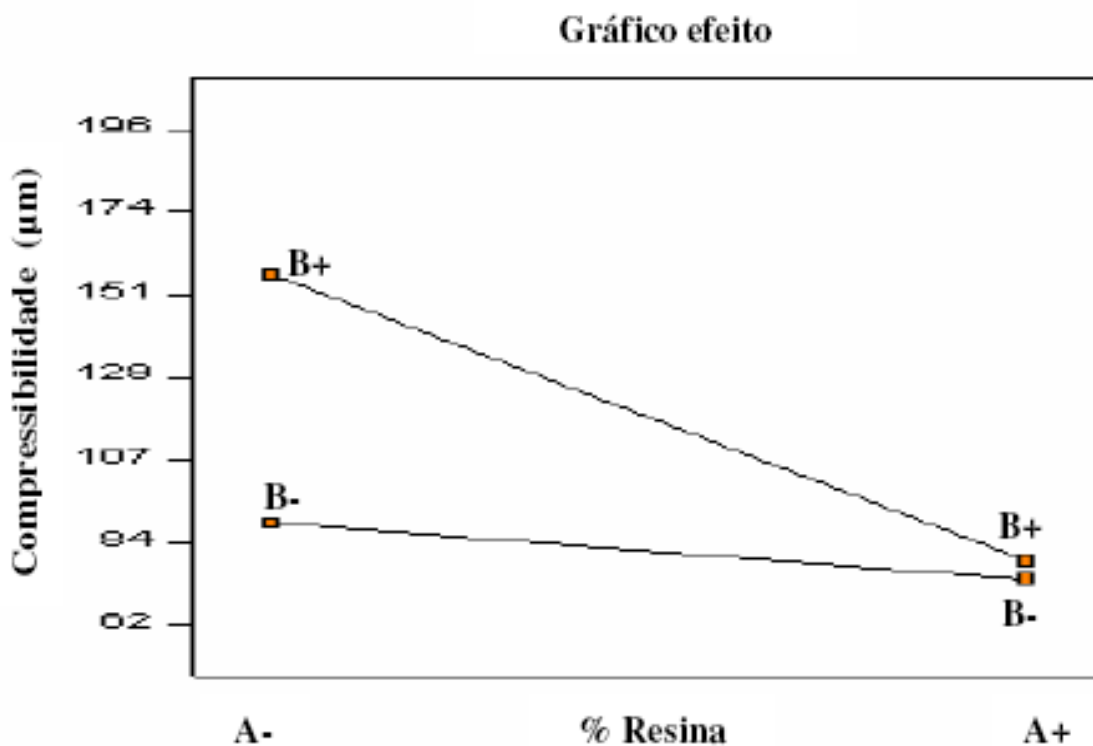


Figura 31 – Gráfico da variação da compressibilidade a frio em função da interação dos fatores percentual de resina e temperatura do molde – DOE 2.

Analisando os valores dos efeitos mostrados na tabela 12 e na figura 32, nota-se que a força máxima de flexão em três pontos dos materiais de atrito, dentro da faixa experimental investigada neste estudo, é influenciada primeiramente pelo fator C, o tipo da fibra metálica e em segundo lugar pelo fator A, o percentual de resina.

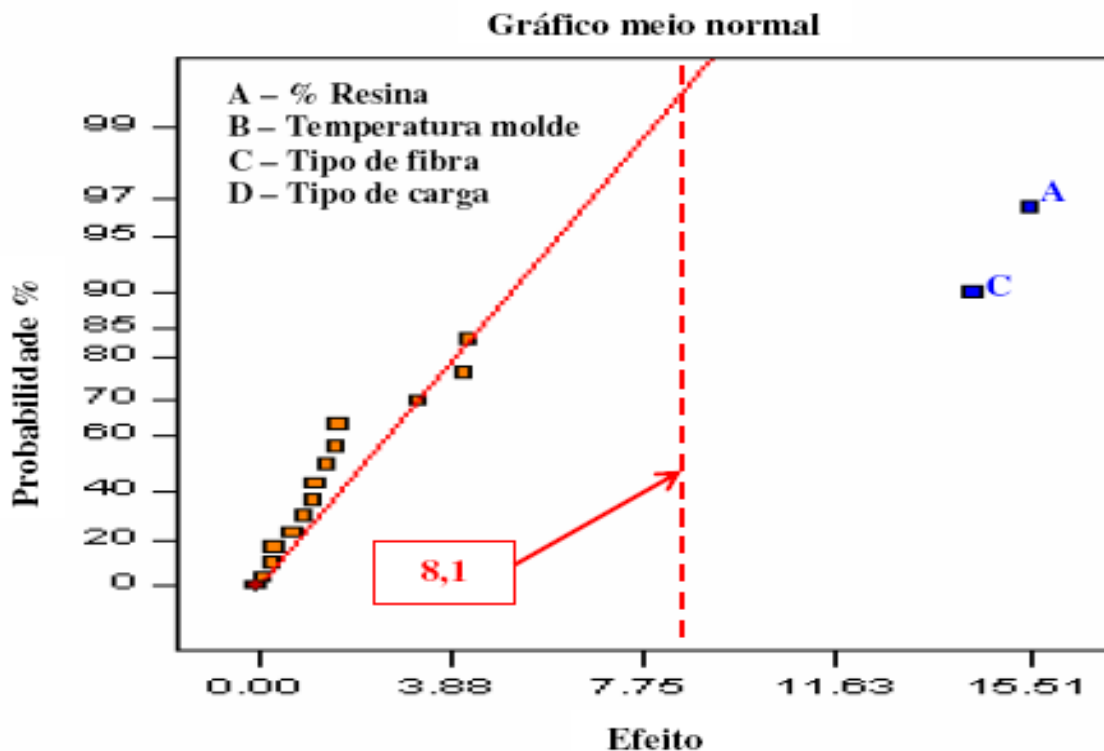


Figura 32 – Gráfico normal da força máxima de flexão em três pontos x fatores significantes – DOE 2.

A figura 33, a seguir, mostra o efeito da troca da fibra A pela fibra B sobre a força máxima de flexão dos materiais de atrito deste experimento. A troca da fibra A pela fibra B reduziu a força máxima de flexão, passando de aproximadamente 40 N para 28 N, respectivamente. Exatamente como no primeiro DOE, os resultados indicam que a efetividade de recobrimento da fibra A pela matriz é mais intensa do que da fibra B, o que provoca um aumento da resistência interfacial fibra/matriz [12].

Já a figura 34, a seguir, evidência que o aumento do percentual de resina sobre a força máxima de flexão do material de atrito provocou um aumento da força máxima de flexão, passando de aproximadamente 28 N, para 12% de resina, para aproximadamente 40 N, para 18% de resina, o que segundo Casaril [9], para os materiais de atrito de matriz fenólica, que apresentam deformação muito pequena (~1-2%), a ruptura da matriz é o fator limitador da resistência à ruptura do compósito, e como consequência quanto maior a quantidade de resina no compósito, maior será a resistência mecânica do mesmo, até o limite de resistência a ruptura da matriz polimérica, a resina fenólica.

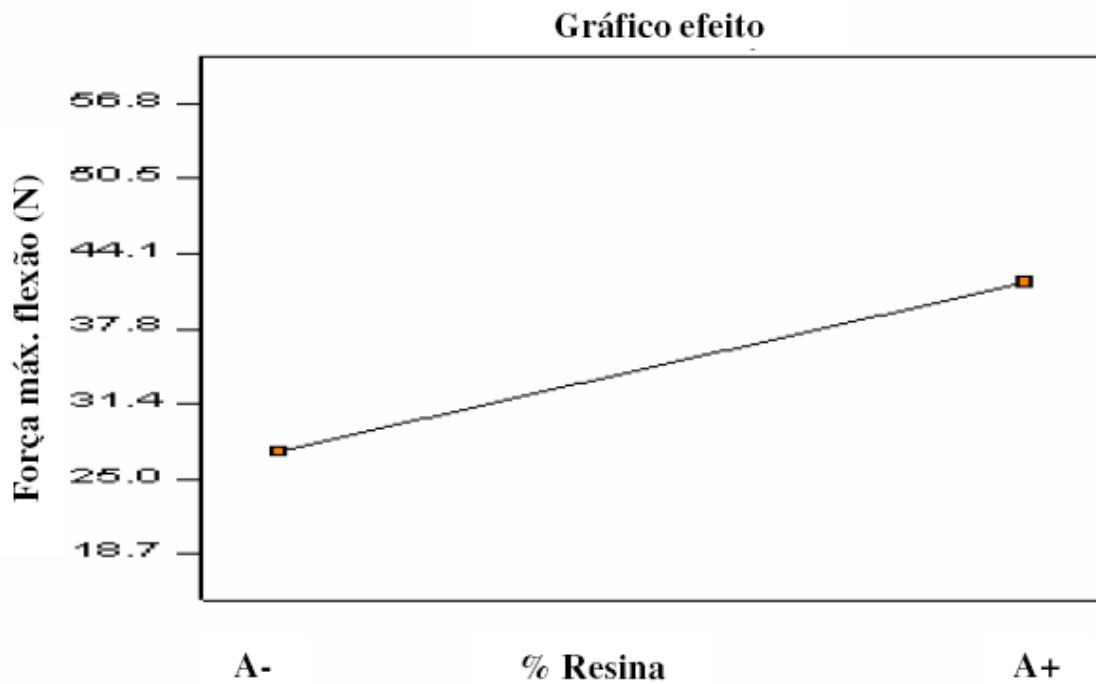


Figura 33 – Gráfico da variação da força máxima de flexão em três pontos em função do tipo de fibra metálica – DOE 2.

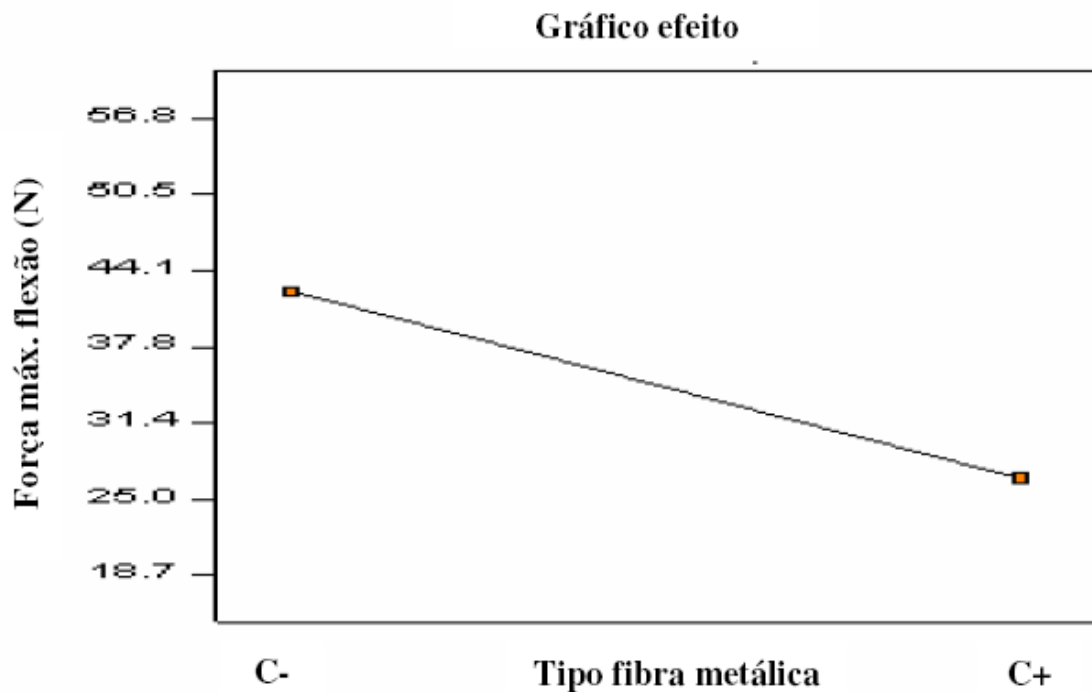


Figura 34 – Gráfico da variação da força máxima de flexão em três pontos em função dos níveis de percentual de resina – DOE 2.

Os resultados obtidos nos delineamentos de experimentos completo, DOE 2, e fracionado, DOE 1, estão em concordância. Ambos mostraram que a força máxima de flexão em três pontos dos materiais de atrito é influenciada unicamente por fatores relacionados a composição química do compósito, ou seja, pelos fatores percentual de resina e tipo de fibra metálica, para a faixa experimental investigada neste estudo.

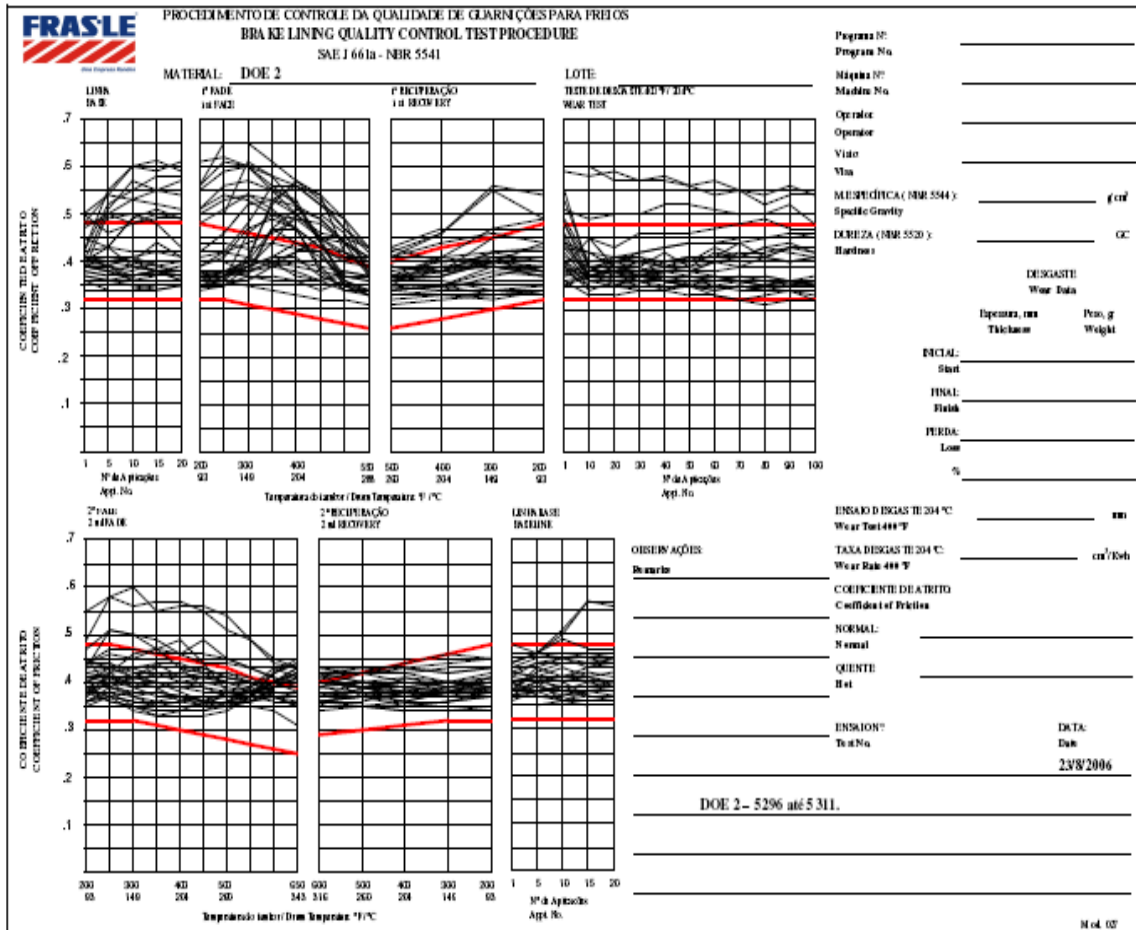


Figura 35 – Gráfico do ensaio SAE J661a – DOE 2.

Da mesma forma como foi realizado no primeiro DOE, o objetivo dos ensaios do tipo SAE J661a, visou à caracterização do nível de atrito das diferentes formulações. A figura 35 apresenta um resumo de todas as curvas de atrito obtidas para as formulações executadas neste segundo DOE.

A figura revela uma dispersão acentuada das curvas de atrito em grande parte das etapas do ensaio, exceto na seção referente a segunda recuperação, onde observa-se um comportamento mais uniforme.

O comportamento do atrito observado nas diferentes formulações que compuseram os dois delineamentos de experimentos revelou uma conduta característica de materiais de atrito de matriz polimérica, ou seja, todas as variações empregadas nas diferentes formulações não foram suficientes para descaracterizar o coeficiente de atrito das mesmas.

Como foi mencionado no primeiro delineamento de experimentos, em relação a taxa de desgaste, esta resposta foi desconsiderada em todos os delineamentos em função de que os valores encontrados foram muito baixos e portanto, pouco significativos.

Genericamente pode-se dizer que os resultados do delineamento de experimentos completo, DOE 2, dentro da faixa experimental investigada neste estudo, serviu para indicar que a resposta, compressibilidade a frio dos materiais de atrito é primeiramente influenciada pela quantidade de resina fenólica adicionada a formulação, e em segundo lugar pela temperatura do molde durante a conformação a quente, e por último pela interação dos dois fatores, percentual de resina e temperatura do molde. Em suma, os resultados indicam que a compressibilidade a frio depende fortemente da matriz polimérica, neste caso a resina fenólica, quer pela quantidade de resina usada, quer pela temperatura de processamento, ou os dois fatores somados, o que do ponto de vista industrial é muito importante, pois, revela a necessidade de se controlar rigorosamente a composição química e a temperatura de processamento durante a etapa de conformação a quente, assegurando, com isso uma pequena variabilidade da resposta.

Dentro do intervalo em que se pode trabalhar a composição das formulações, sem descaracterizá-las como materiais de atrito, constatou-se que os efeitos do tipo de fibra metálica e do tipo de carga não são significativos para a compressibilidade a frio. Por outro lado, como já foi dito anteriormente, a matriz, a resina fenólica, é altamente significativa, com isso a Lei das Misturas deixa de ser interessante para este estudo. Da mesma forma que no primeiro delineamento de experimentos, não foram encontradas correlações importantes entre as respostas neste segundo delineamento de experimentos, conforme pode ser constatado pela análise dos gráficos contidos no anexo II.

4.4 Delineamento de experimentos completo – DOE 3

Como sugere o título deste trabalho o objetivo do mesmo é estudar as variáveis de composição e de processo para o controle da compressibilidade a frio dos materiais de atrito, dentro de um intervalo que não descaracterize as formulações.

Em termos da composição das formulações e dos processos executados neste trabalho, pode-se afirmar que a compressibilidade é influenciada fortemente pela matriz polimérica, a resina fenólica, pela temperatura de processamento ou pelo somatório dos dois fatores. Esta constatação sugere que se estude melhor as propriedades ligadas a resina fenólica, as quais tenham dependência da temperatura. Com este intuito, selecionou-se novamente o fator fluidez da resina, porém, agora utilizando níveis de fluidez mais espaçados. No anexo I são apresentados algumas propriedades físicas e as análises termogravimétricas, TGA e os espectros infravermelho, FTIR dos três tipos de resinas usados neste trabalho, ou seja, da resina fenólica 1, 2 e 3.

Com base nos resultados obtidos nos experimentos anteriormente realizados, selecionaram-se os seguintes fatores, conforme tabela 15, para a construção de um planejamento experimental fatorial completo do tipo 2^3 .

Tabela 13 – Fatores e níveis relacionados à composição e processo – DOE 3.

Fatores	Níveis	
	Baixo	Alto
1 - Matérias-primas		
A - Percentual da resina fenólica	12	18
C - Fluidez da resina fenólica	Resina 3	Resina 2
2 - Variáveis de processo		
B - Temperatura do molde na conformação a quente (°C)	130	150

Optou-se pelo planejamento experimental fatorial completo como forma de investigar em detalhes os efeitos dos fatores e todas as suas possíveis interações.

O objetivo deste terceiro DOE é o de investigar em detalhes a influência dos fatores selecionados isoladamente e as possíveis interações dos mesmos em relação às respostas, densidade específica, dureza HRR, compressibilidade a frio e a força máxima de flexão em três pontos. Complementando a análise, foram realizados ensaios SAE J661a como forma de verificar o comportamento do nível de atrito das diferentes formulações empregadas neste DOE.

Tabela 14 – Delineamento de experimentos 3.

Formula nº	Ordem de execução	Fatores		
		A	B	C
		Percentual de resina vol. (%)	Temperatura do molde (°C)	Fluidez da resina (mm)
5329	1	12	130	Resina 3
5330	6	18	130	Resina 3
5331	5	12	150	Resina 3
5332	2	18	150	Resina 3
5333	8	12	130	Resina 2
5334	4	18	130	Resina 2
5335	7	12	150	Resina 2
5336	3	18	150	Resina 2

A tabela 14 apresenta as oito formulações que fazem parte deste terceiro planejamento de experimentos, os fatores selecionados e seus respectivos níveis, bem como a ordem de execução dos experimentos, nas quais também se observou os princípios da aleatoriedade, da replicação e da blocagem.

Da mesma forma que nos delineamentos anteriores, também se utilizou para este terceiro DOE o programa computacional para planejamento e análise de experimentos Design-Expert versão 5.0.9, bem como os gráficos dos valores absolutos das estimativas de efeitos contra a probabilidade normal cumulativa.

Tabela 15 – Matriz para cálculo dos efeitos – DOE 3.

Fatores								Respostas				
Formula nº	A	B	C	AB	AC	BC	ABC	Densidade específica	Dureza	Compressibilidade	Força máx. flexão (N)	
5329	-1	-1	-1	1	1	1	-1	2,75	51	299	25,6	
5330	1	-1	-1	-1	-1	1	1	2,78	79	126	22,2	
5331	-1	1	-1	-1	1	-1	1	2,59	73	198	17,2	
5332	1	1	-1	1	-1	-1	-1	2,57	90	101	33,3	
5333	-1	-1	1	1	-1	-1	1	2,88	80	168	13,6	
5334	1	-1	1	-1	1	-1	-1	2,95	93	95	34,1	
5335	-1	1	1	-1	-1	1	-1	2,93	86	135	22,4	
5336	1	1	1	1	1	1	1	2,97	93	97	35,6	
Média								2,803	81	152	25,5	
Percentual de resina								A	0,030	16,1	-95,2	11,6
Temperatura do molde								B	-0,075	9,6	-39,4	3,3
Fluidez da resina								C	0,260	15,1	-57,4	1,8
Percentual resina & Temperatura								AB	-0,020	-4,4	27,8	3,1
Percentual resina & Fluidez resina								AC	0,025	-6,4	39,8	5,2
Temperatura & Fluidez resina								BC	0,110	-7,1	23,3	1,9
Todos os fatores								ABC	0,005	1,3	-10,5	-6,7
Erro padrão								0,050	6,0	12,5	3,6	
Significativo se maior que*								0,115	13,7	28,9	8,3	

* Para $t = 2,306$, com 8 graus de liberdade e 95% de confiança.

Analisando os valores dos efeitos mostrados na tabela 15 e na figura 36, para a resposta densidade específica do material de atrito, notou-se que o único fator que apresenta alta significância é a fluidez da resina, C. O fator temperatura do molde, B e a sua interação com a fluidez da resina, BC mostram-se bem menos significativos dentro da faixa experimental investigada por este trabalho.

Os resultados obtidos para a densidade específica dos materiais de atrito executados neste terceiro delineamento de experimentos variaram de 2,57 a 2,97, mostrando que a

resposta foi sensível as variações dos níveis dos fatores envolvidos neste conjunto de experimentos.

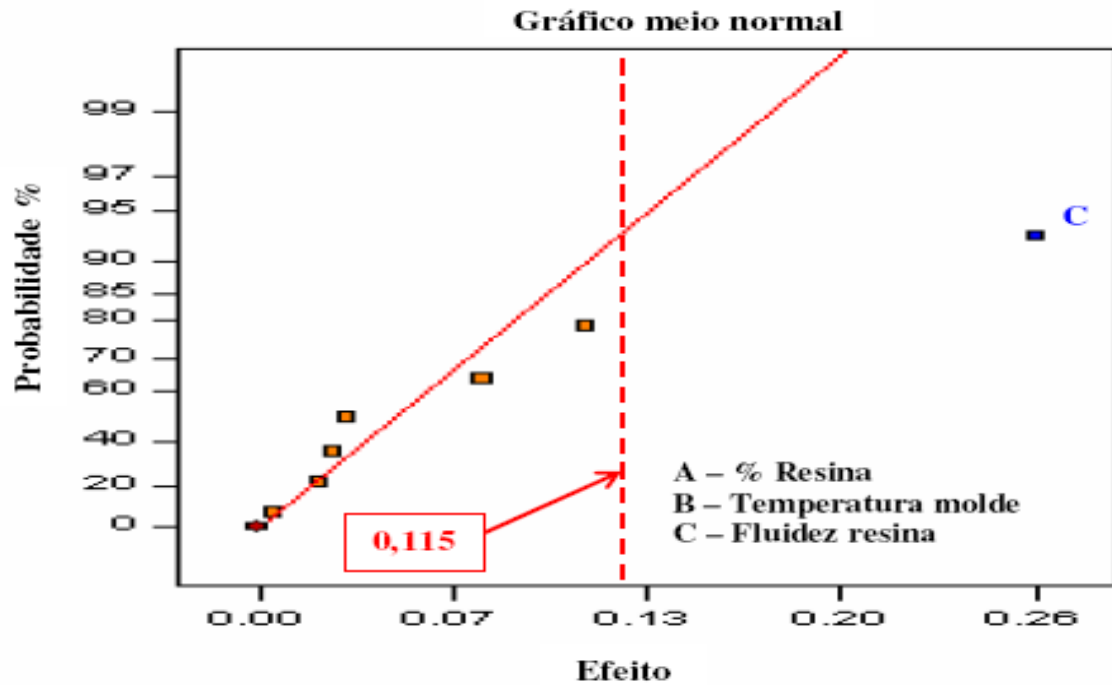


Figura 36 – Gráfico normal da densidade específica x fatores significantes – DOE 3.



Figura 37 – Gráfico da variação da densidade específica em função da fluidez da resina – DOE 3.

A figura 37 apresenta a relação entre a densidade específica do material de atrito e a fluidez da resina, sendo que para a resina 3 tem-se uma densidade específica de aproximadamente 2,65 e para a resina 2 tem-se uma densidade específica de aproximadamente 2,90.

Os resultados de menor densidade específica para as formulações que usaram a resina de menor fluidez e de maior densidade específica para as formulações que usaram a resina de maior fluidez indicam que a fluidez da resina seja a responsável pelo grau de compactação da matriz no material de atrito, quer por uma maior eficiência no recobrimento das fases presentes [12], quer por uma provável redução da porosidade e do tamanho dos poros no compósito [29].

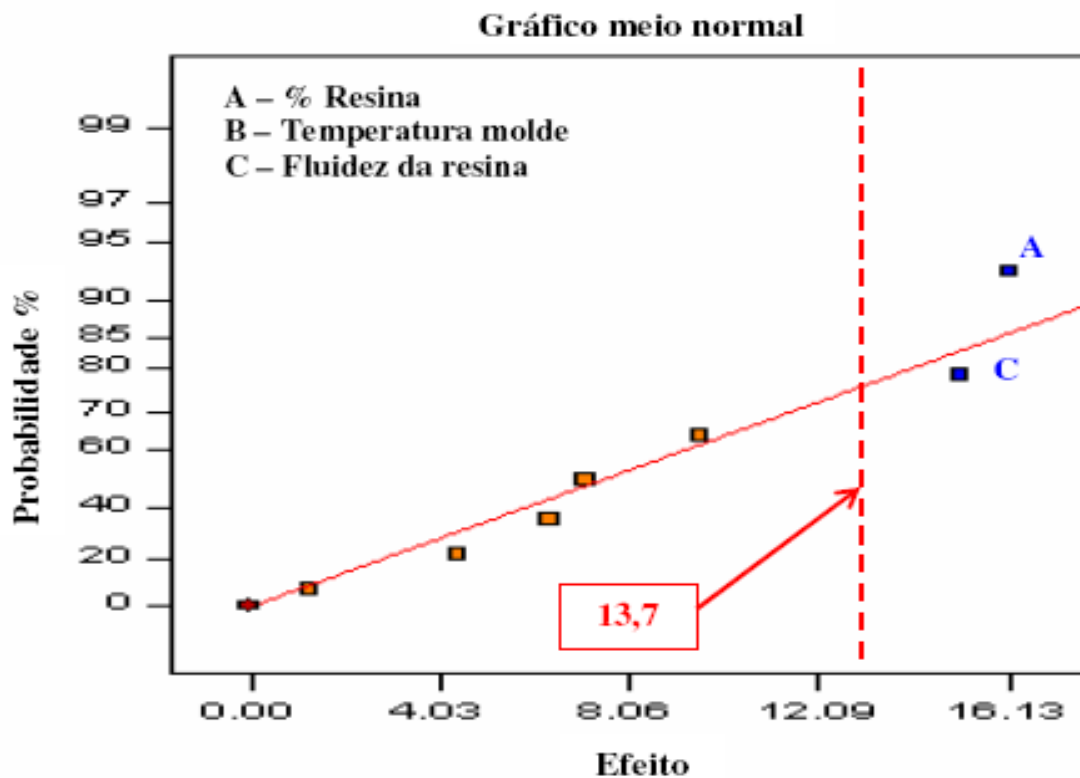


Figura 38 – Gráfico normal da dureza HRR x fatores significantes – DOE 3.

De acordo com os dados da tabela 15 e da figura 38, os fatores percentual de resina, A, e a fluidez da resina, C, possuem alta significância sobre a dureza Rockwell R dos materiais de atrito deste experimento. O fator temperatura do molde, B e a sua interação com o fator fluidez da resina, BC, mostram-se bem menos significativos dentro da faixa

experimental investigada por este trabalho. Os resultados de dureza para este terceiro DOE variaram de 51 HRR até 93 HRR.

A figura 39 apresenta um gráfico da variação da dureza HRR em função do percentual de resina. Elas se relacionam da seguinte forma: para 12% em volume de resina tem-se uma dureza de aproximadamente 72 HRR e para um percentual de 18% de resina tem-se uma dureza de aproximadamente 87 HRR, ou seja, o aumento da quantidade da resina representa um aumento de dureza do material de atrito.

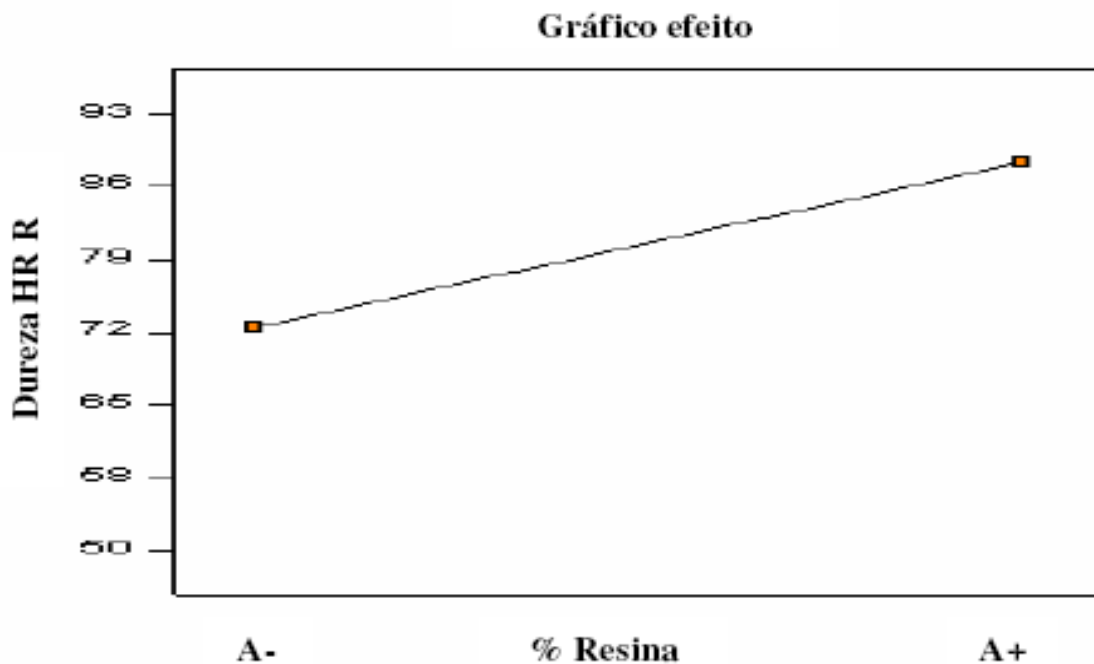


Figura 39 – Gráfico da variação da dureza HRR em função dos níveis de percentual de resina – DOE 3.

A figura 40, a seguir, apresenta o gráfico da variação da dureza HRR em função da fluidez da resina. Elas se relacionam da seguinte forma: para a resina 3 tem-se uma dureza de aproximadamente 72 HRR e para a resina 2 tem-se uma dureza de aproximadamente 87 HRR, ou seja, a menor fluidez da resina representa uma redução da dureza do compósito.



Figura 40 – Gráfico da variação da dureza HRR em função da fluidez da resina – DOE 3.

De acordo com os resultados obtidos para a dureza Rockwell R dos materiais de atrito investigados neste estudo, pode-se afirmar que a dureza é governada essencialmente pela matriz polimérica, quer pela quantidade de resina fenólica usada na formulação, quer pela fluidez da resina fenólica.

Mais uma vez fica clara a necessidade da indústria controlar com exatidão a temperatura de processo, caso contrário as variações de dureza Rockwell R do material de atrito podem ocasionar problemas na utilização dos mesmos.

De acordo com os dados apresentados pela tabela 15 e pela figura 41, o efeito do percentual de resina, A, é o mais significativo para a resposta compressibilidade a frio. Em segundo lugar vem o efeito da fluidez da resina, C. Na seqüência vem o efeito da temperatura do molde, B, e a interação entre os fatores percentual de resina e a fluidez da resina, AC. Os valores de compressibilidade a frio apresentaram variações de resultados realmente significativas entre as diferentes formulações, variando de aproximadamente 95 μm até aproximadamente 300 μm .

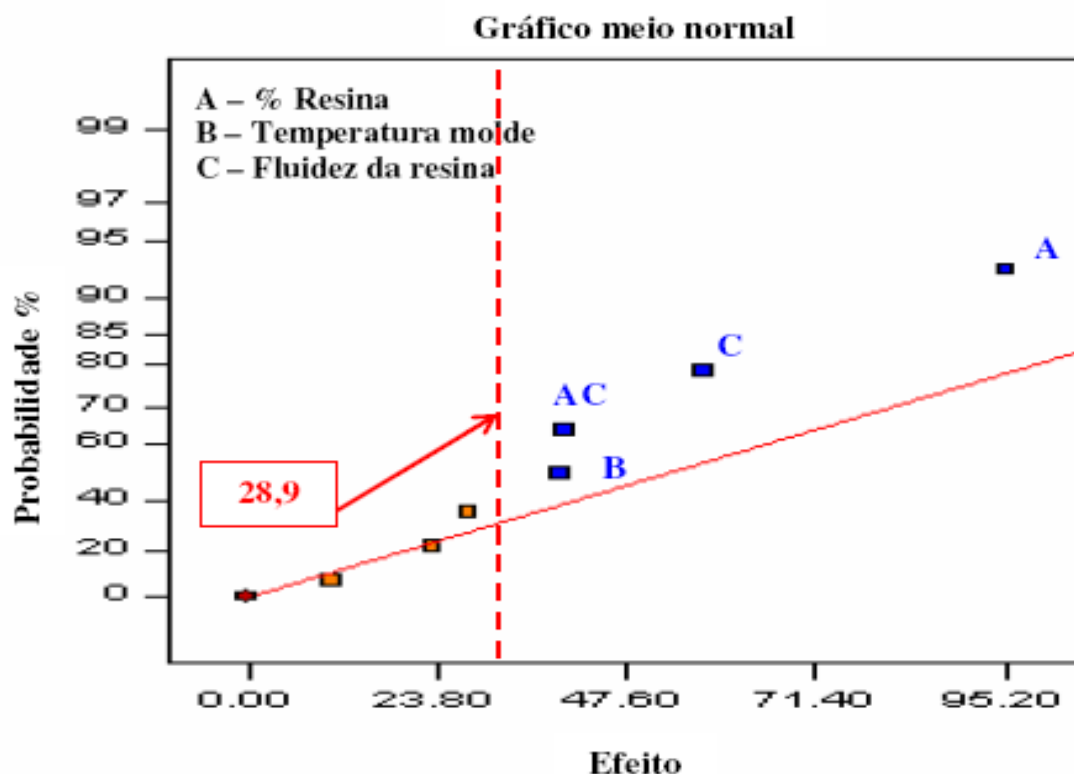


Figura 41 – Gráfico normal da compressibilidade a frio x fatores significantes – DOE 3.

A figura 42, a seguir, apresenta o gráfico da variação da compressibilidade a frio em função do percentual de resina. Elas se relacionam da seguinte forma: para 12% em volume de resina tem-se uma compressibilidade de aproximadamente 200 μm e para um percentual de 18% de resina tem-se uma compressibilidade de aproximadamente 100 μm , ou seja, o aumento da quantidade da resina representa uma redução da compressibilidade a frio do material de atrito. Entende-se que a redução da compressibilidade com o aumento da quantidade de resina pode ser atribuída a uma redução da porosidade e do tamanho dos poros [29] [30] e a uma melhor efetividade de recobrimento da resina [9]. Com os resultados encontrados nos três delineamentos de experimentos realizados fica corroborado que o percentual de resina é o fator mais significativo para a resposta compressibilidade a frio, dentro da faixa experimental investigada.

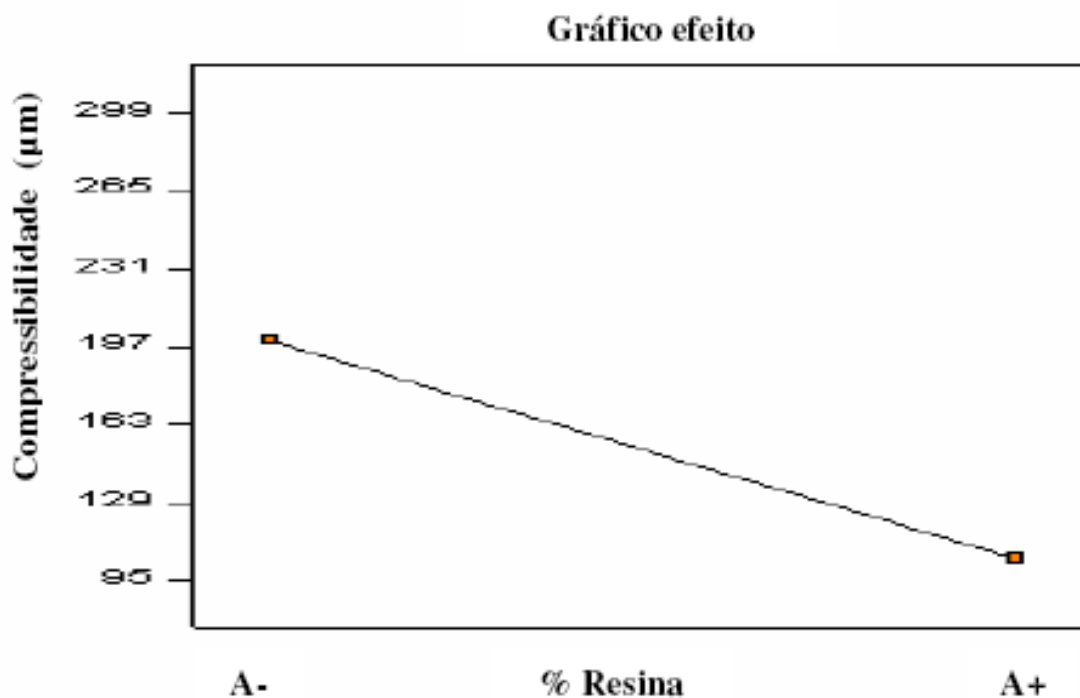


Figura 42 – Gráfico da variação da compressibilidade a frio em função do percentual de resina – DOE 3.

A figura 43, a seguir, apresenta o gráfico da variação da compressibilidade a frio em função da fluidez da resina. Elas se relacionam da seguinte forma: para a resina 3 tem-se compressibilidade de aproximadamente 180 µm e para a resina 2 tem-se uma compressibilidade de aproximadamente 130 µm, ou seja, o aumento da fluidez da resina representa uma redução da compressibilidade a frio do material de atrito. Da mesma forma que o observado para a compressibilidade em função da quantidade de resina, entende-se que o aumento da fluidez da resina fenólica provoque uma redução da porosidade e do tamanho dos poros [29] [30] e a uma melhor efetividade de recobrimento da resina [9].



Figura 43 – Gráfico da variação da compressibilidade a frio em função da fluidez da resina – DOE 3.

A figura 44, a seguir, indica de forma gráfica que o aumento da temperatura do molde durante a conformação a quente dos materiais de atrito provoca uma redução da compressibilidade a frio dos mesmos. As mudanças dos níveis de temperatura mostraram o seguinte comportamento: para a temperatura de 130° C tem-se a compressibilidade a frio de aproximadamente 170 µm e para a temperatura de 150° C tem-se uma compressibilidade a frio de aproximadamente 140 µm.

Este comportamento de redução da compressibilidade a frio em função do aumento da temperatura do molde não está em concordância com o que foi encontrado nos DOE anteriores, contudo este é o comportamento que era esperado. Cabe lembrar que o comportamento do índice de fluidez da resina 2 em função da temperatura, ver gráfico no anexo I, mostra uma zona de pequena oscilação do índice de fluidez entre as temperaturas de 130° e 150° C, o que pode justificar esse comportamento ambíguo de num momento aumentar e no outro momento reduzir a compressibilidade, dependendo de quanto exato é controle de processo sobre a temperatura do molde. Este comportamento ambíguo da compressibilidade ressalta não apenas a necessidade de controle rigoroso da temperatura de processo, mas também a necessidade de se buscar resinas fenólicas com comportamento mais estável, suportando variações ocasionais do processo, obtendo-se assim materiais de atrito mais robustos.

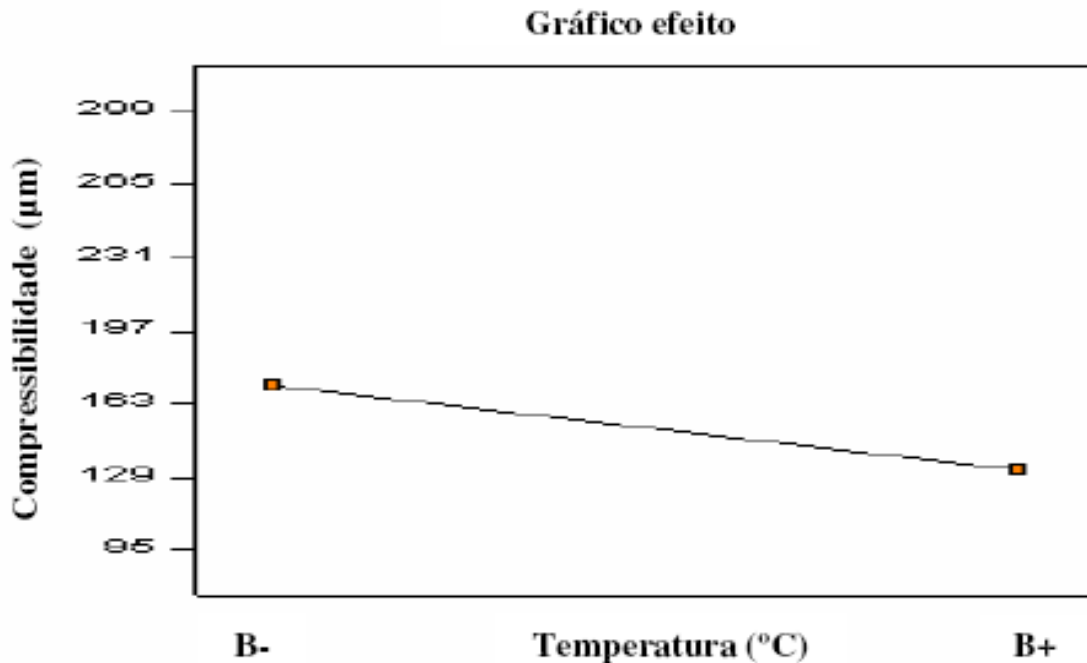


Figura 44 – Gráfico da variação da compressibilidade a frio em função da temperatura do molde – DOE 3.

A interação entre os fatores percentual de resina e a fluidez da resina, AC, é apresentada de forma gráfica a seguir na figura 45 para a resposta compressibilidade a frio.

A análise indica que o aumento do percentual de resina, independentemente do nível de fluidez da resina, dentro da faixa experimental investigada neste estudo, reduz a compressibilidade a frio dos materiais de atrito. Contudo, a redução é mais pronunciada para a resina fenólica 3, onde se observa um valor aproximado de compressibilidade de 240 µm para um percentual de resina de 12% e um valor de aproximadamente 110 µm para um percentual de resina de 18%. Já para a resina 2, a redução da compressibilidade a frio é bem menos significativa, passando de aproximadamente 150 µm, para um percentual de resina de 12%, para aproximadamente 95 µm, para um percentual de resina de 18%. Esse fato corrobora a grande significância da matriz polimérica sobre a compressibilidade a frio e que a interação dos dois fatores abre um maior espaço para o desenvolvimento de produtos com maior flexibilidade no que se refere ao controle da compressibilidade a frio.

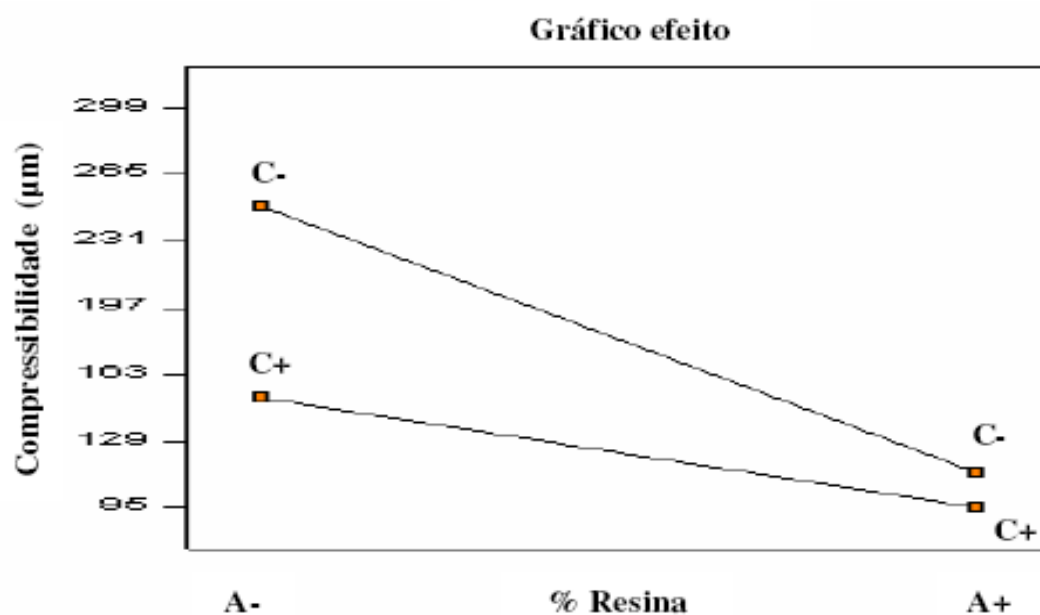


Figura 45 – Gráfico da variação da compressibilidade a frio em função da interação dos fatores percentual de resina e a fluidez da resina – DOE 3.

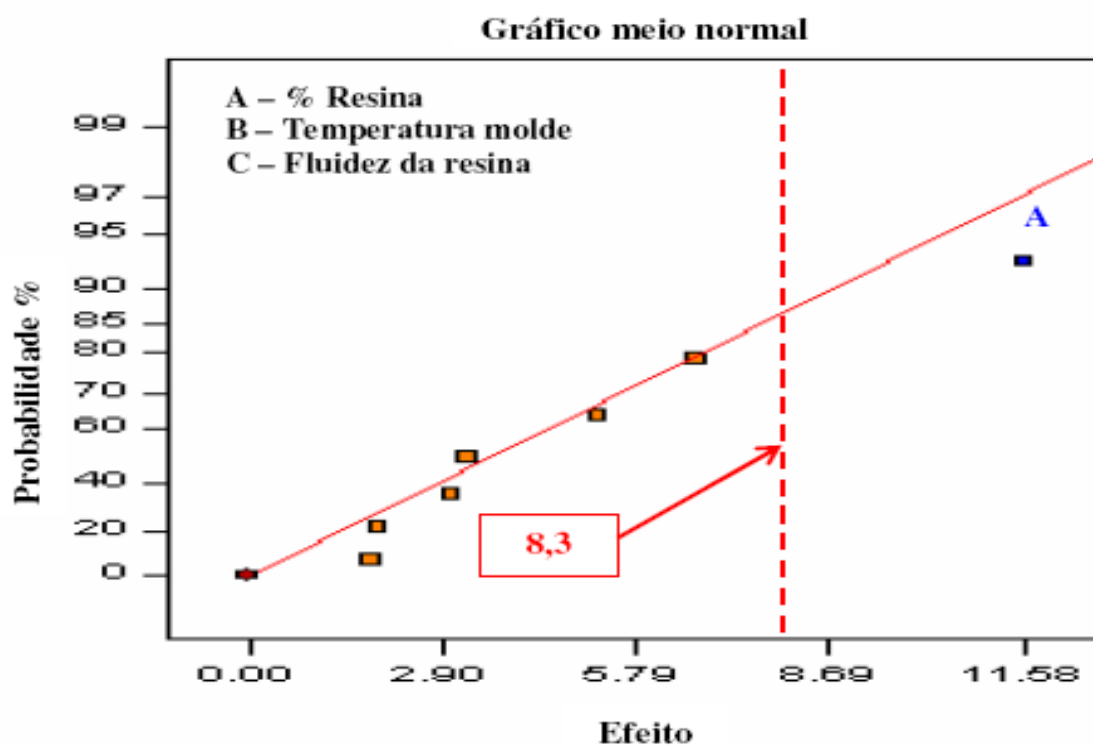


Figura 46 – Gráfico normal da força máxima de flexão em três pontos x fatores significantes – DOE 3.

Analisando os valores dos efeitos mostrados na tabela 15 e na figura 46, notou-se que a força máxima de flexão em três pontos dos materiais de atrito, dentro da faixa experimental investigada neste estudo, é influenciada pelo fator A, o percentual de resina.

A figura 47 mostra o efeito do percentual de resina fenólica sobre a força máxima de flexão dos materiais de atrito deste experimento. A figura evidência que o aumento do percentual de resina sobre a força máxima de flexão do material de atrito provocou um aumento da força máxima de flexão, passando de aproximadamente 18 N, para 12% de resina, e para aproximadamente 30 N, para 18% de resina.

Os resultados obtidos no delineamento de experimentos completo, DOE 3, estão em concordância com os resultados encontrados tanto no delineamento de experimentos fracionado, DOE 1, como no delineamento de experimentos completo, DOE 2. Todos mostraram que a força máxima de flexão dos materiais de atrito é influenciada pelo fator percentual de resina, para a faixa experimental investigada neste estudo. Isto é atribuído ao fato de que para materiais de atrito de matriz fenólica, que apresentam deformação muito pequena, a ruptura da matriz é o fator limitador da resistência a ruptura do compósito, e como consequência quanto maior a quantidade de resina no compósito, maior a sua resistência mecânica, até o limite da resistência mecânica da matriz.

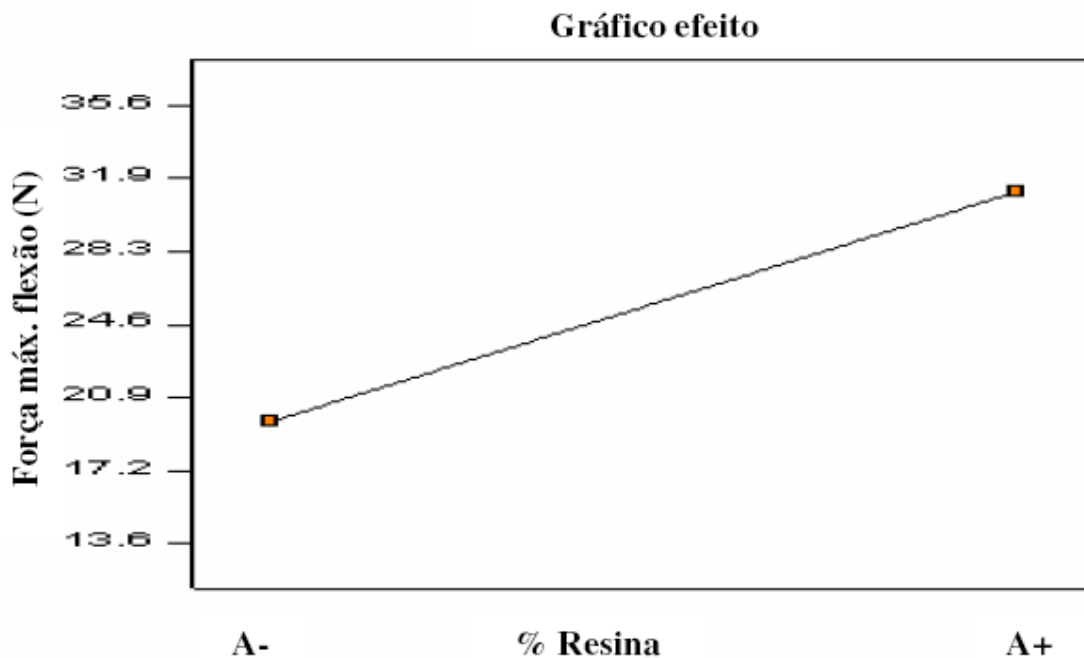


Figura 47 – Gráfico da variação da força máxima de flexão em três pontos em função do percentual de resina – DOE 3.

Da mesma forma como realizado nos dois primeiros delineamentos de experimentos, foram realizados ensaios do tipo SAE J661a visando a caracterização do nível de atrito das diferentes formulações. A figura 48 apresenta um resumo de todas as curvas de atrito obtidas para as formulações deste terceiro DOE.

A figura revela, da mesma forma que o ocorrido no primeiro DOE, uma dispersão maior das curvas de atrito para as primeiras etapas do teste, linha base, primeiro fade e primeira recuperação. Para as demais etapas do teste observa-se um comportamento bem mais uniforme. Entende-se que a maior dispersão das primeiras etapas esteja associada ao acomodamento da amostra, chamado assentamento, e que as interações tribológicas entre a amostra e o contra material, neste caso, o tambor, ainda não são efetivas o suficiente para formar o terceiro corpo.

Contudo os ensaios SAE J661a revelam que as formulações apresentaram um comportamento clássico de materiais de atrito, mesmo com todas as variações empregadas nas diferentes formulações deste terceiro DOE.

Em relação a taxa de desgaste dos materiais, que também faz parte do ensaio SAE J661a, está resposta foi desconsiderada neste trabalho, pois, os valores obtidos se mostraram pouco representativos, ou seja, as taxas de desgaste foram muito baixas.

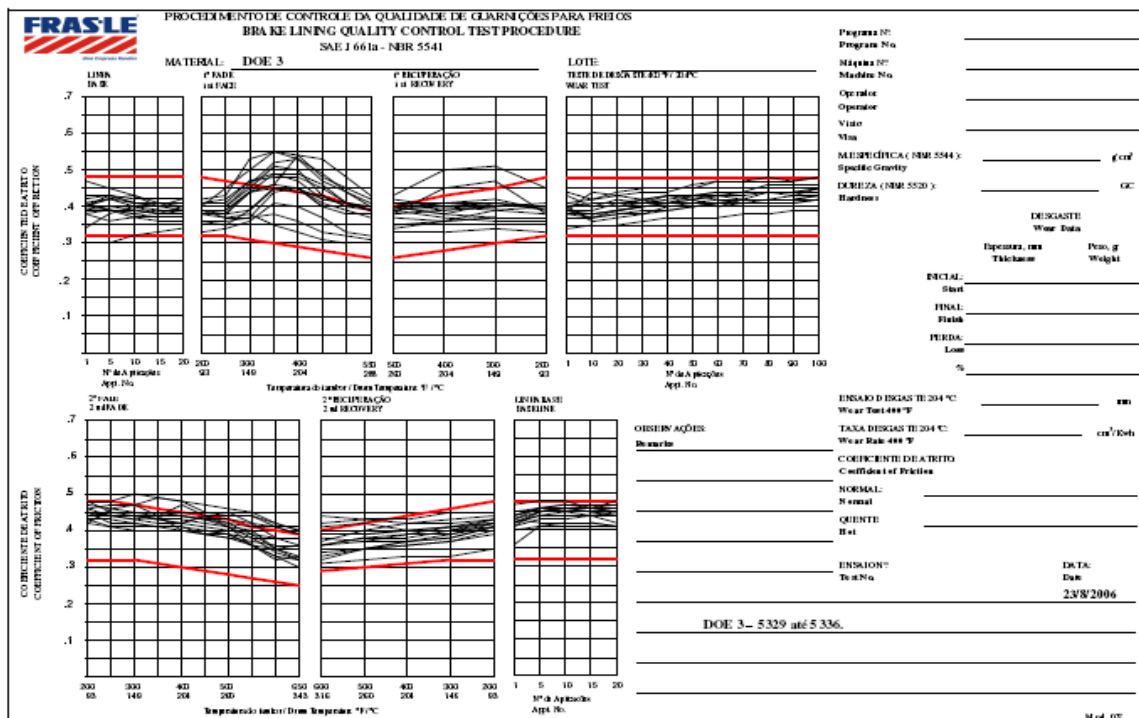


Figura 48 – Gráfico do ensaio SAE J661a – DOE 3.

Neste terceiro delineamento de experimentos, ao contrário do que foi observado nos dois delineamentos anteriores, percebe-se uma correlação entre a dureza Rockwell R e a compressibilidade a frio, conforme pode ser constatado pela análise dos gráficos contidos no anexo III.

Genericamente, pode-se dizer que os resultados do delineamento de experimentos completo, DOE 3, dentro da faixa experimental investigada neste estudo, serviu para indicar que a resposta, compressibilidade a frio dos materiais de atrito é primeiramente influenciada pela quantidade de resina fenólica adicionada a formulação, em segundo lugar pela fluidez da resina, em terceiro lugar pela temperatura do molde durante a conformação a quente, e por último pela interação dos dois fatores, percentual de resina e fluidez da resina. Em suma, os resultados indicam que a compressibilidade a frio depende fortemente da matriz polimérica, neste caso a resina fenólica.

Utilizando-se o programa computacional para planejamento e análise de experimentos Design-Expert versão 5.0.9, pode-se obter a equação que correlaciona os fatores significativos atuais com a compressibilidade a frio dos materiais de atrito deste delineamento de experimentos. A equação 10, apresentada a seguir, faz esta correlação entre os fatores significativos e a resposta. Cabe salientar que não se trata de uma equação genérica, mas uma equação que se aplica aos intervalos experimentais investigados neste estudo.

$$C = 858,5 - 25,8R - 2T - 6,4FR + \left(\frac{R \cdot FR}{3} \right) \quad (10)$$

Onde:

C = compressibilidade a frio;

R = percentual de resina fenólica;

T = temperatura do molde;

FR = fluidez da resina fenólica.

5 – CONCLUSÕES

As técnicas utilizadas no desenvolvimento deste trabalho, dentro do intervalo em que se pode trabalhar sem descaracterizar os materiais como materiais de atrito, forneceram dados satisfatórios para as seguintes conclusões:

As medidas de densidade específica realizadas nos delineamentos de experimentos indicaram como fatores significativos o tipo de fibra metálica, a pressão usada na conformação a quente e o índice de fluidez da resina fenólica.

De acordo com os resultados obtidos para a dureza Rockwell R dos materiais de atrito investigados neste estudo, pode-se afirmar que a dureza é governada pela matriz polimérica, quer pela quantidade de resina fenólica usada na formulação, quer pelo índice de fluidez da resina fenólica. O aumento da dureza HRR com o aumento da quantidade e do índice de fluidez da resina fenólica indica um maior grau de compactação do compósito, redução da porosidade, provocado pelo seu maior grau de cobertura da matriz sobre os demais componentes durante a fase fluida da resina com a utilização de temperatura e pressão durante a fase de conformação a quente.

Os valores obtidos da força máxima de flexão em três pontos revelaram que os fatores significantes são a quantidade de resina fenólica e o tipo de fibra metálica usada. O aumento da força máxima de flexão dos materiais de atrito é diretamente proporcional ao aumento da quantidade de resina empregada na formulação. Por outro lado, a troca da fibra metálica A pela fibra B provoca uma redução da força máxima de flexão do material de atrito.

O comportamento do coeficiente de atrito obtido através do ensaio SAE J661a para as diferentes formulações que compuseram este trabalho revelou uma conduta característica dos materiais de atrito de matriz polimérica, ou seja, todas as variações empregadas nas diferentes formulações não foram suficientes para descaracterizar o desempenho do coeficiente de atrito.

Dentre todas as variáveis de processo e de composição dos materiais aqui estudados, o percentual de resina fenólica utilizado na formulação mostrou ser o fator mais significativo para a característica compressibilidade a frio. Em segundo lugar tem-se a fluidez da resina, em terceiro lugar tem-se a temperatura do molde durante a conformação a quente, e por último tem-se a interação dos dois fatores, percentual de resina e fluidez da resina. Por outro lado, constatou-se que os efeitos do tipo da fibra metálica e do tipo de

carga, não são significativos, ou melhor, muito menos significativos para a compressibilidade a frio. Em suma, os resultados indicam que a compressibilidade a frio depende fortemente da matriz polimérica, neste caso a resina fenólica.

Considerando-se todos os delineamentos de experimentos realizados neste trabalho, pode-se afirmar que o aumento do percentual volumétrico de resina e que o aumento do índice de fluidez das resinas nos materiais de atrito provocam uma redução da compressibilidade a frio, portanto, pode-se afirmar que a compressibilidade a frio nos materiais de atrito é inversamente proporcional ao percentual de resina e ao índice de fluidez da resina. Este comportamento, também indica um maior grau de compactação do compósito, redução da porosidade, provocado pelo seu maior grau de cobertura da matriz sobre os demais componentes durante a fase fluida da resina com a utilização de temperatura e pressão durante a fase de conformação a quente.

Em relação a temperatura do molde usada durante a conformação a quente, observou-se que para o menor nível de resina, o aumento da temperatura provoca uma redução significativa da compressibilidade a frio dos materiais de atrito. Já para o maior nível de resina, o aumento da temperatura não apresenta variações significativas na compressibilidade a frio. Já a relação da temperatura do molde com o índice de fluidez da resina é a seguinte, para o nível mais baixo de fluidez, o aumento da temperatura provoca uma redução da compressibilidade a frio, porém, para a resina de maior fluidez o aumento ou redução da temperatura do molde não provoca variações significativas na compressibilidade do material de atrito.

A necessidade de se obter materiais de atrito com menores variações de propriedades, em especial a compressibilidade, deixa patente que a busca de maior exatidão no controle da temperatura de processo associada à utilização de resinas fenólicas com menor sensibilidade a estas variações de processo são essências para a obtenção de materiais mais robustos, reduzindo desta forma problemas de aplicação associados à variação do produto, como durabilidade baixa, variação do coeficiente de atrito, ruído durante a frenagem entre outros.

A seguir, estabelece-se uma correlação entre os fatores significativos e a resposta, compressibilidade a frio. Cabe salientar que não se trata de uma equação genérica, mas uma equação que se aplica aos intervalos experimentais investigados neste estudo.

$$C = 858,5 - 25,8R - 2T - 6,4FR + \left(\frac{R \cdot FR}{3} \right) \quad (10)$$

Onde:

C = compressibilidade a frio;

R = percentual de resina fenólica;

T = temperatura do molde;

FR = fluidez da resina fenólica.

Por fim, este trabalho aponta ser possível aplicar técnicas estatísticas para racionalizar o projeto de um material de atrito. Salienta-se que estas tendências são válidas para os compósitos estudados nesta pesquisa e que é necessária uma investigação complementar mais abrangente expandindo os testes para outros valores.

6 – PRÓXIMOS PASSOS

Como os resultados indicam que a compressibilidade a frio depende fortemente da matriz polimérica, neste caso a resina fenólica, sugere-se a realização de trabalhos sobre:

- determinação de teores e índices de fluidez ótimos para a resina fenólica nos materiais de atrito;

- estudo mais detalhados dos efeitos das variações das propriedades da matriz polimérica relacionadas a sua cinética de reação, como por exemplo: tempo de cura, ponto de fusão, percentual de agente de cura, modificações na composição química da resina fenólica, entre outras, sobre a compressibilidade;

- estudo do efeito da área superficial dos componentes sobre a compressibilidade;

- estudo do efeito da porosidade do compósito sobre a compressibilidade;

- estudo do efeito de outros tipos de fibras sobre a compressibilidade.

7 – REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

[1] ELZEI D.M., et al, Multi-criteria optimization in the design of composites for friction applications. In: Proceedings of the International Conference on Brakes, 10-11 Julho. Leeds: 2000, 197-206.

[2] CROSA G.C., BAUMVOL I.J.R., Tribology of composites used as friction materials, in: Friedrich K., Advances in Composite Tribology, Composite Materials Series 8, Elsevier, Amsterdam, 1993, 583-625.

[3] OSTERLE W., Urban I., Chemical and microstructure aspects controlling friction and wear of brakes. Wear 2001; 251: 1469-1476.

[4] KIM S.J., JANG H., KIM K.S., Optimization of manufacturing parameters for brake lining using Taguchi method. Journal of Materials Processing Technology, 2003; 136: 202-208.

[5] NICHOLSON G., Facts about friction, 1995, p. 1.

[6] FRIEDRICH K., Friction and wear of polymer composites, 1986, p.1.

[7] SINATORA H., Metalurgia e materiais, vol. 53, n. 469, 1997, p. 548-550.

[8] ERIKSSON M, Friction and contact phenomena of disc brakes related to squeal, Acta Universita, Upsala, 2000.

[9] MARTIN R.H., BOWRON S., Composite materials in transport friction applications – a critical UK industry review, In: Proceedings of the International Conference on Brakes, 10-11 Julho. Leeds: 2000, 207-214.

[10] CASARIL A., et al., Análise micromecânica dos compósitos com fibras curtas e partículas, Revista Matéria, 2006.

[11] CALLISTER JR. W. D., Materials Science and Engineering Introduction, 5ª Edição, Nova York, 1999.

[12] AL-QURESHI H.A., Composite Materials: Fabrication and Analysis, 3ª Edição, ITA, 1988.

[13] BETTEN J., et al, Elastic properties of friction materials. SAE International 2003-01-3333.

[14] JACKO M.G., RHEE S.K., Brake linings and clutch facings, Kirk-Othmer encyclopedia of chemical technology, vol. 4, 4ª edição, 1992.

- [15] KIM S.J., JANG H., Friction and wear of friction materials containing two different phenolic resins reinforced with aramid pulp. *Tribology International* 2000; 33:477-484.
- [16] NAIR C. P. R., Advances in addition-cure phenolic resins, *Progress in Polymer Science*, Elsevier, 2004, p 404.
- [17] LHYMN C., Effect of normal load on the specific wear rate of fibrous composites. *Wear* 1987; 120:1-27
- [18] CHAN D., STACHOWIAK G.W., Review of automotive brake friction materials, *J. Automobile Engineering*, 2004, vol. 218 parte D, 953 – 966.
- [19] GOPAL P., DHARANI L.R., BLUM F.D., Load, speed and temperature sensitivities of carbon-fiber-reinforced phenolic friction material, *Wear* 1995; 181-183:913-921.
- [20] CAMPOS S., Planejamento de experimentos, Siqueira Campos Associados, Porto Alegre, 1999, p 3-10.
- [21] SCARMINO I.S., NETO B.B., BRUNS R.E., Como fazer experimentos – pesquisa e desenvolvimento na ciência e na indústria, Editora da Unicamp, Campinas, 2001.
- [22] SATO L.M., Planejamento estatístico de experimentos aplicado ao processo de produção de protetores auditivos de espuma de poliuretano, Unicamp, 2002.
- [23] BOX G.E.P, HUNTER W.G., HUNTER J.S., Statistics for experimenters an introduction to design, data analysis and model building, John Wiley & Sons Inc, 1978, Nova York.
- [24] NEUMAN R.C., Experimental design for non-statiscians, *Journal of Vinyl Technology*, Março 1993, vol. 15(1), 34-37.
- [25] SILVEIRA Z.C., Análise estatística e otimização de parâmetros de projeto em componentes de sistemas mecânicos, Unicamp, 2003.
- [26] STEINBER G.D.M., HUNTER W.G., Experimental design: review and comment. *Technometrics*. May 1984, vol. 26(2), 71-97.
- [27] BENTOS R.L., Estudo da relação entre variáveis de processo e as propriedades mecânicas de uma pastilha de freio, UCS, 2005.
- [28] ACHCAR J.A., RODRIGUES J., Introdução à estatística para ciências e tecnologia, Apostila ICMC-USP, São Carlos, 2000, p 191.

[29] SILVA H.C., Caracterização de materiais de atrito linha pastilhas passageiros, UFSC, Florianópolis, 2002.

[30] CHO M.H., et al, Effects of ingredients on tribological characteristics of a brake lining: an experimental case study, *Wear*, 2005.

8 – ANEXOS

ANEXO I

Propriedades físicas das fibras e pós metálicos.

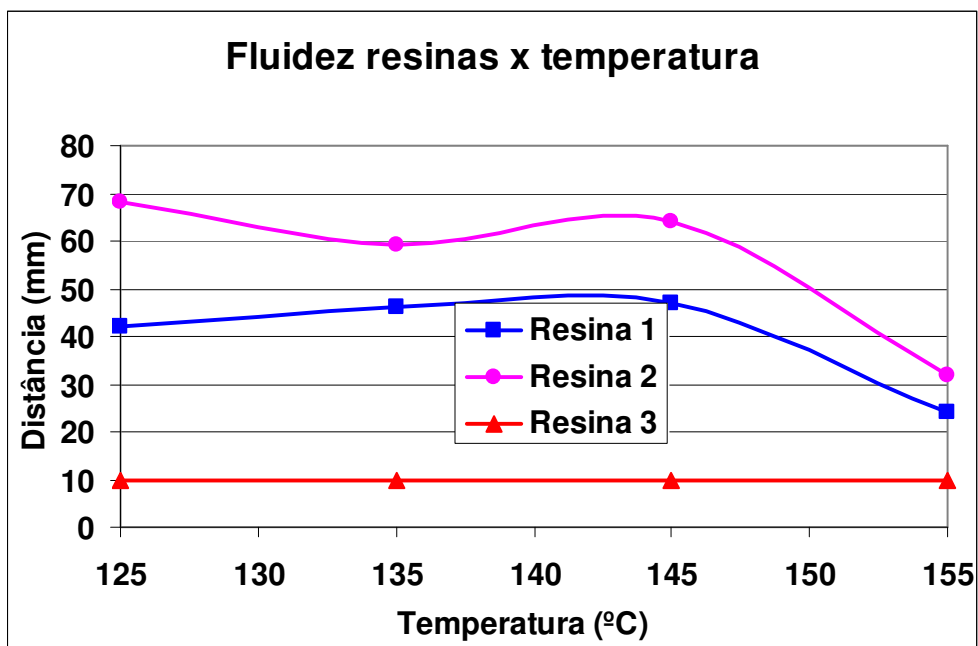
Propriedades físicas	Fibra A	Pó A	Fibra B	Pó B
Densidade (g/cm ³)	7,9	7,9	9,0	9,0
Dureza Mohs	5	5	2,5	2,5
Comprimento (mm)	1 – 2	0,6	1,2 - 3	0,5
Diâmetro (mm)	0,04	0,04	0,05	0,05
Razão aspecto média	37,5	15	42	10
Módulo elasticidade (MPa/mm ²)	21,2	21,2	11,7	11,7

Propriedades físicas das cargas.

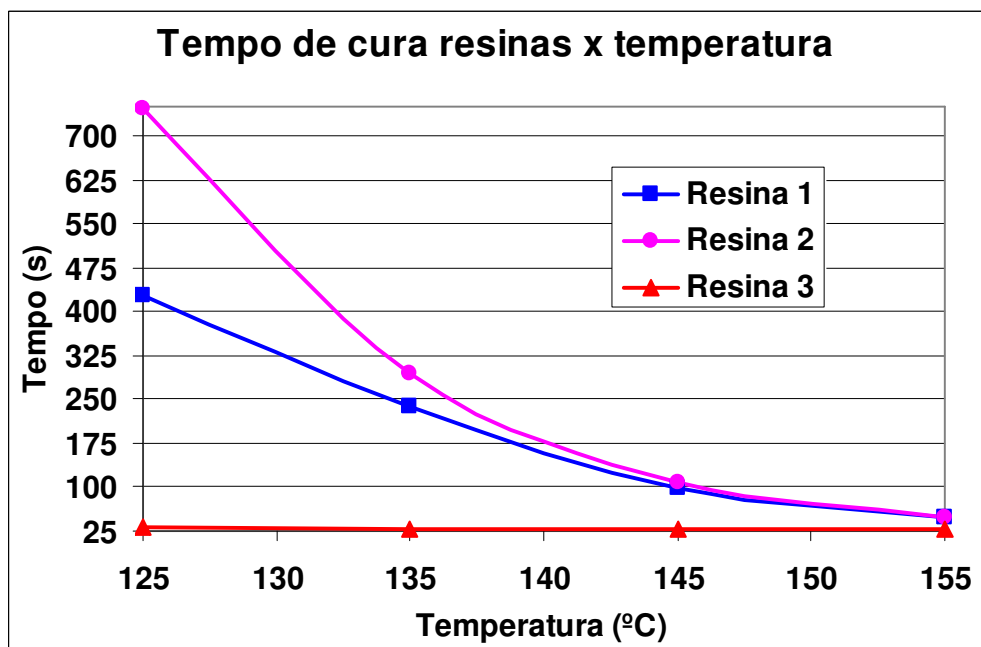
Propriedades físicas	Carga 1	Carga 2	Carga 3	Carga 4
Densidade (g/cm ³)	2,7	4,2	1,0	2,6
Dureza Mohs (* Shore A)	3,3	3,0	* 70	2,2

Propriedades físicas modificadores de atrito

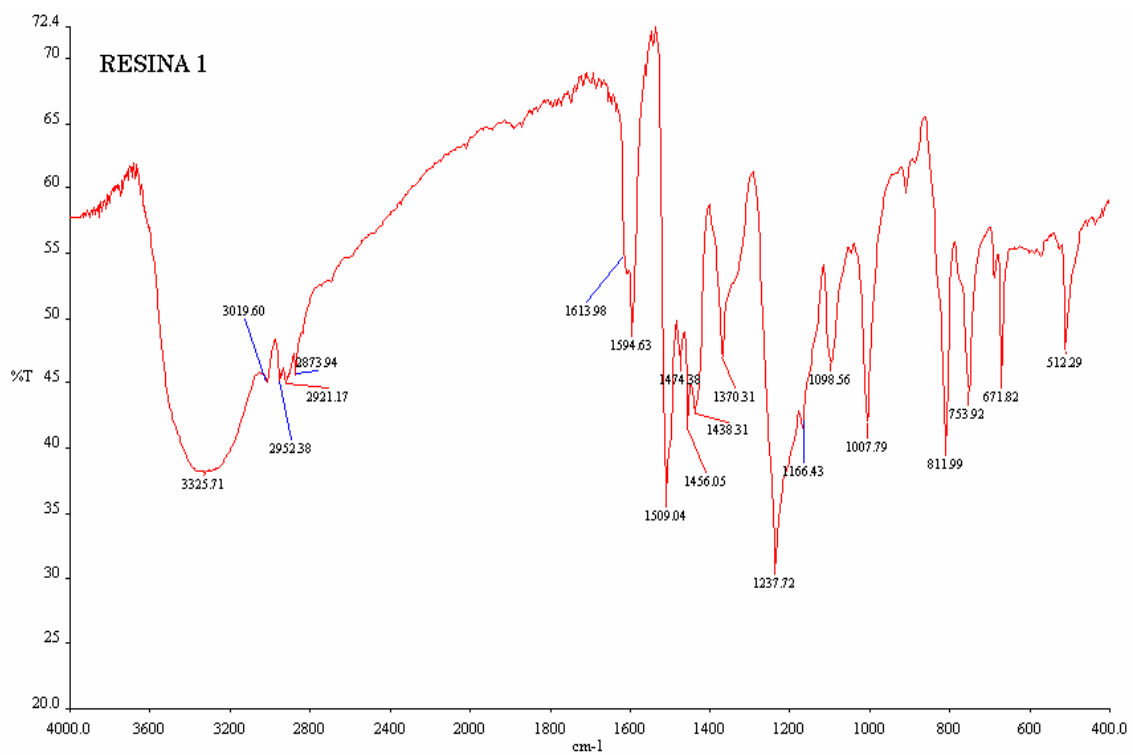
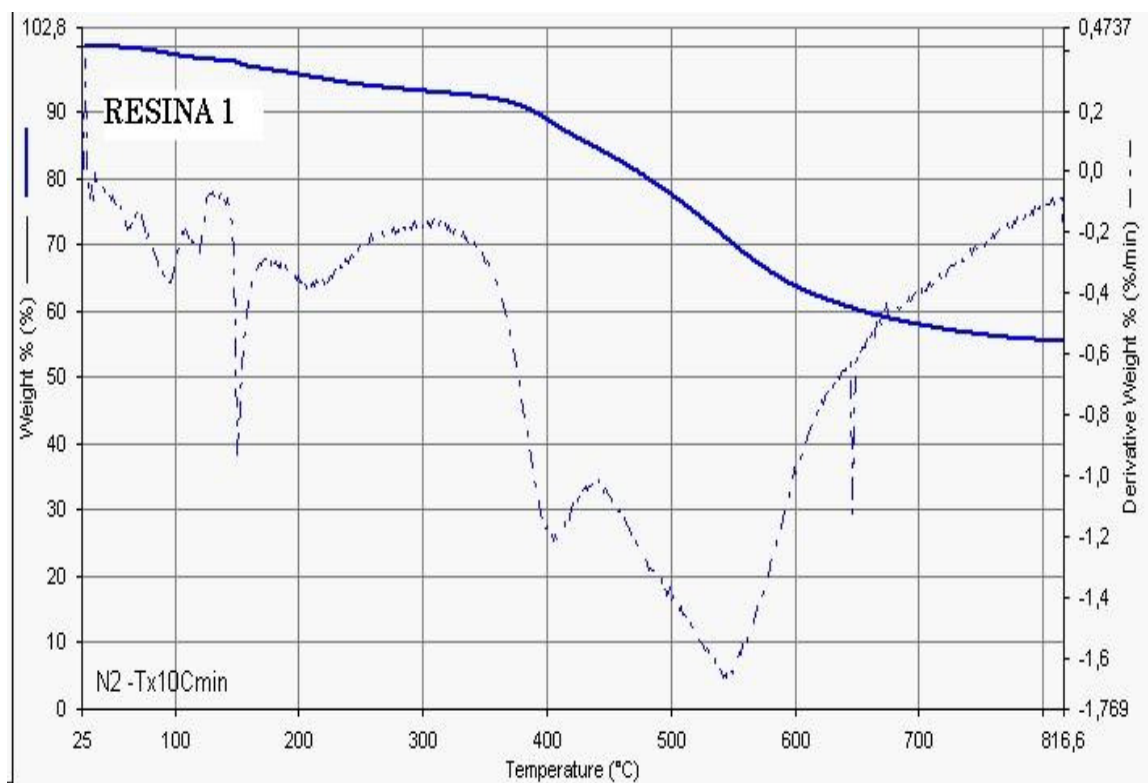
Propriedades físicas	Abrasivo 1	Abrasivo 2	Lubrificante A	Lubrificante B
Densidade (g/cm ³)	3,8	3,9	1,95	1,8
Dureza Mohs	7	9	1,5	1,5



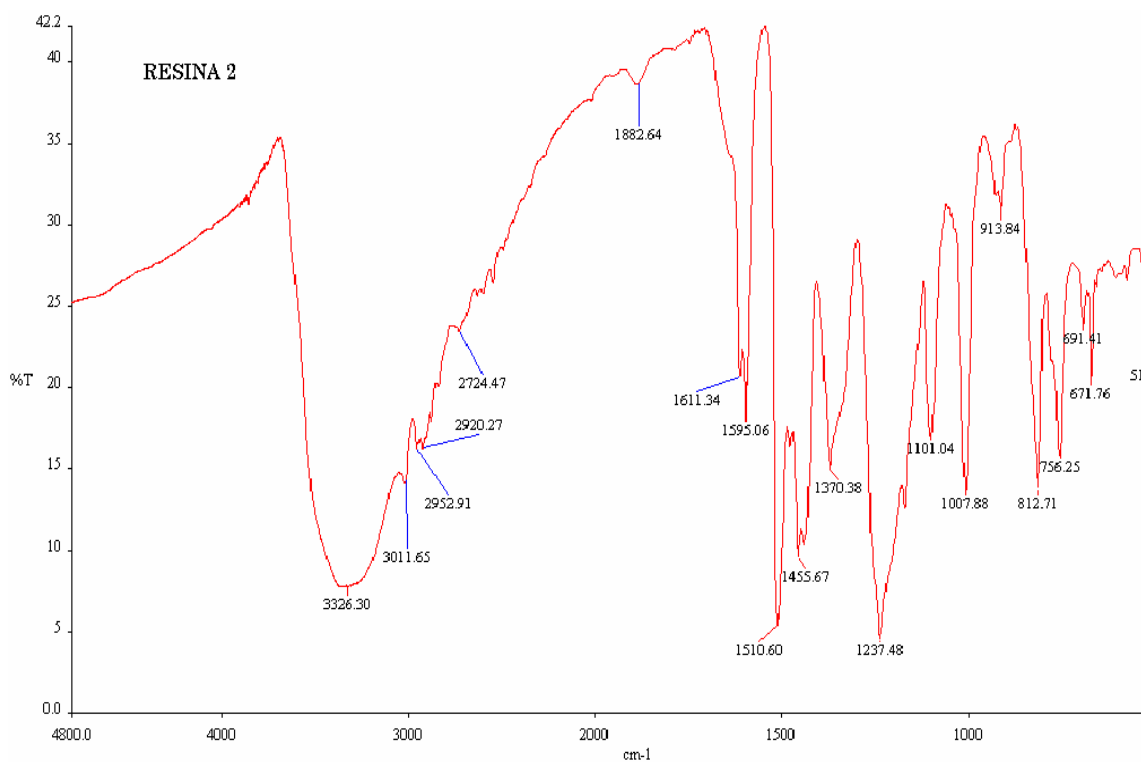
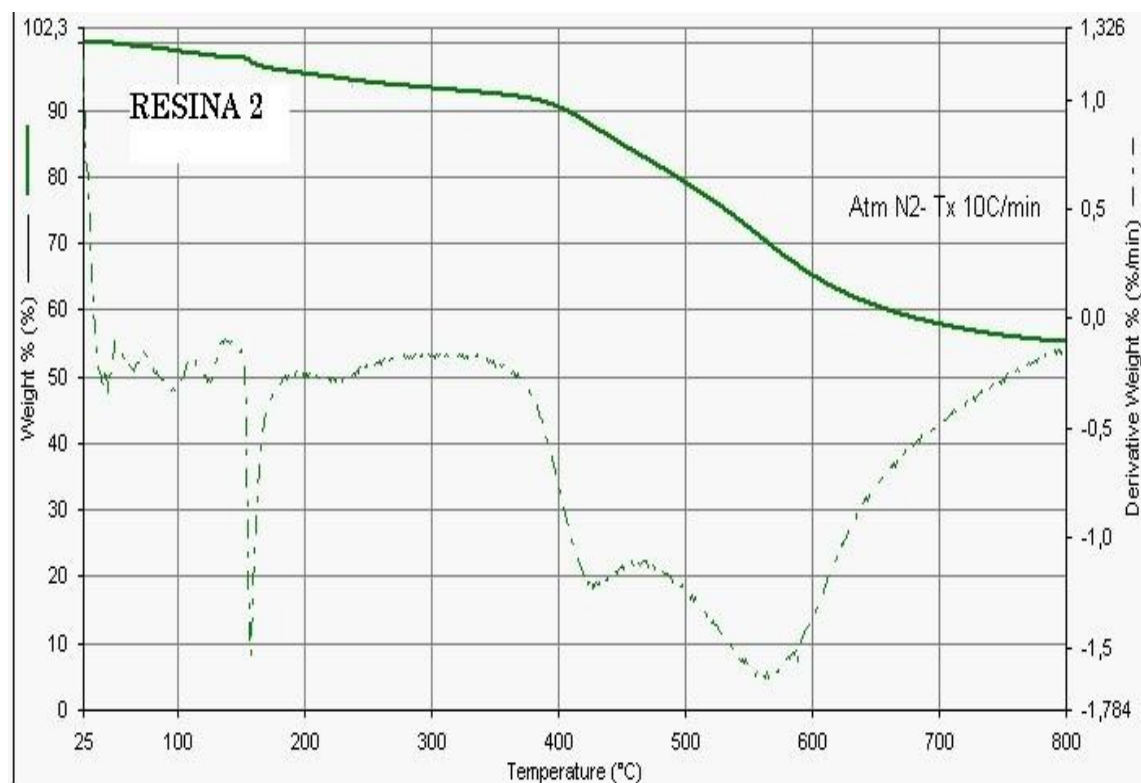
Análise índice de fluidez das resinas em função da temperatura, método ABNT 10.07.107-002 adaptado para diferentes temperaturas.



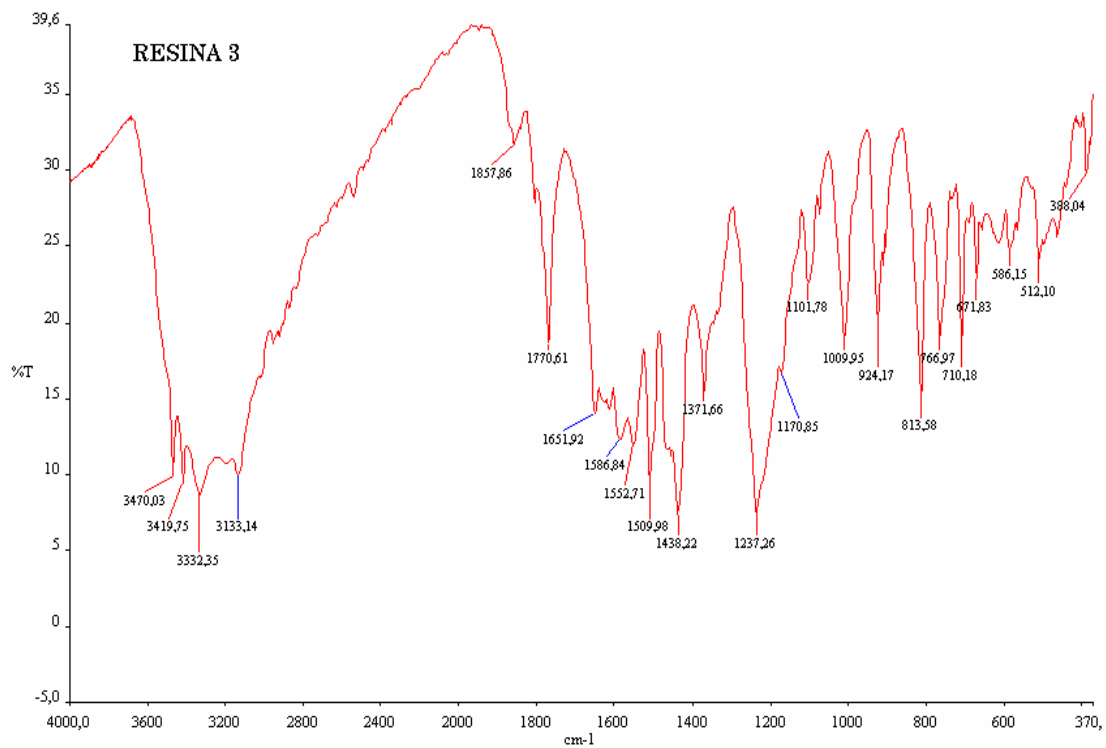
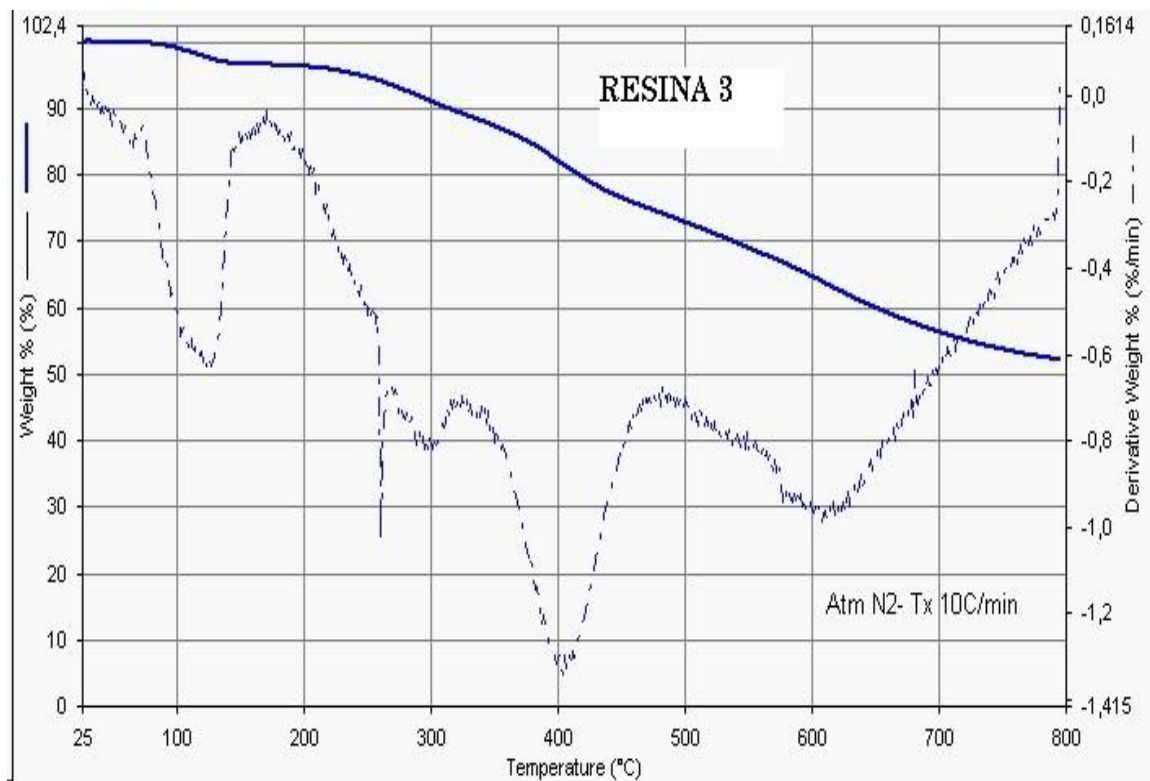
Análise do tempo de cura das resinas em função da temperatura, método ABNT 10.07.107-001 adaptado para diferentes temperaturas.



Análise termogravimétrica, TGA, e espectro infravermelho, FTIR, da resina fenólica 1.

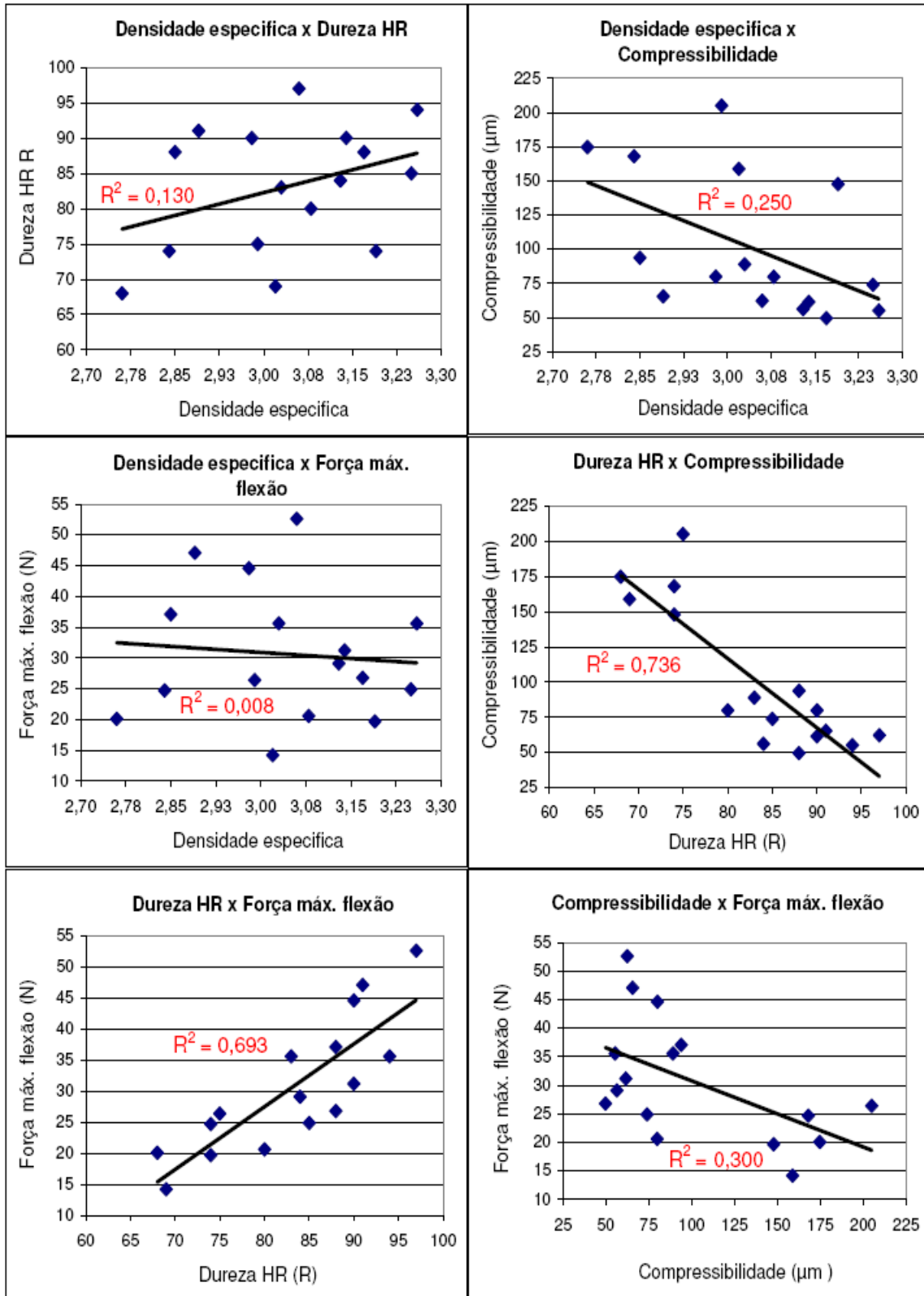


Análise termogravimétrica, TGA, e espectro infravermelho, FTIR, da resina fenólica 2.



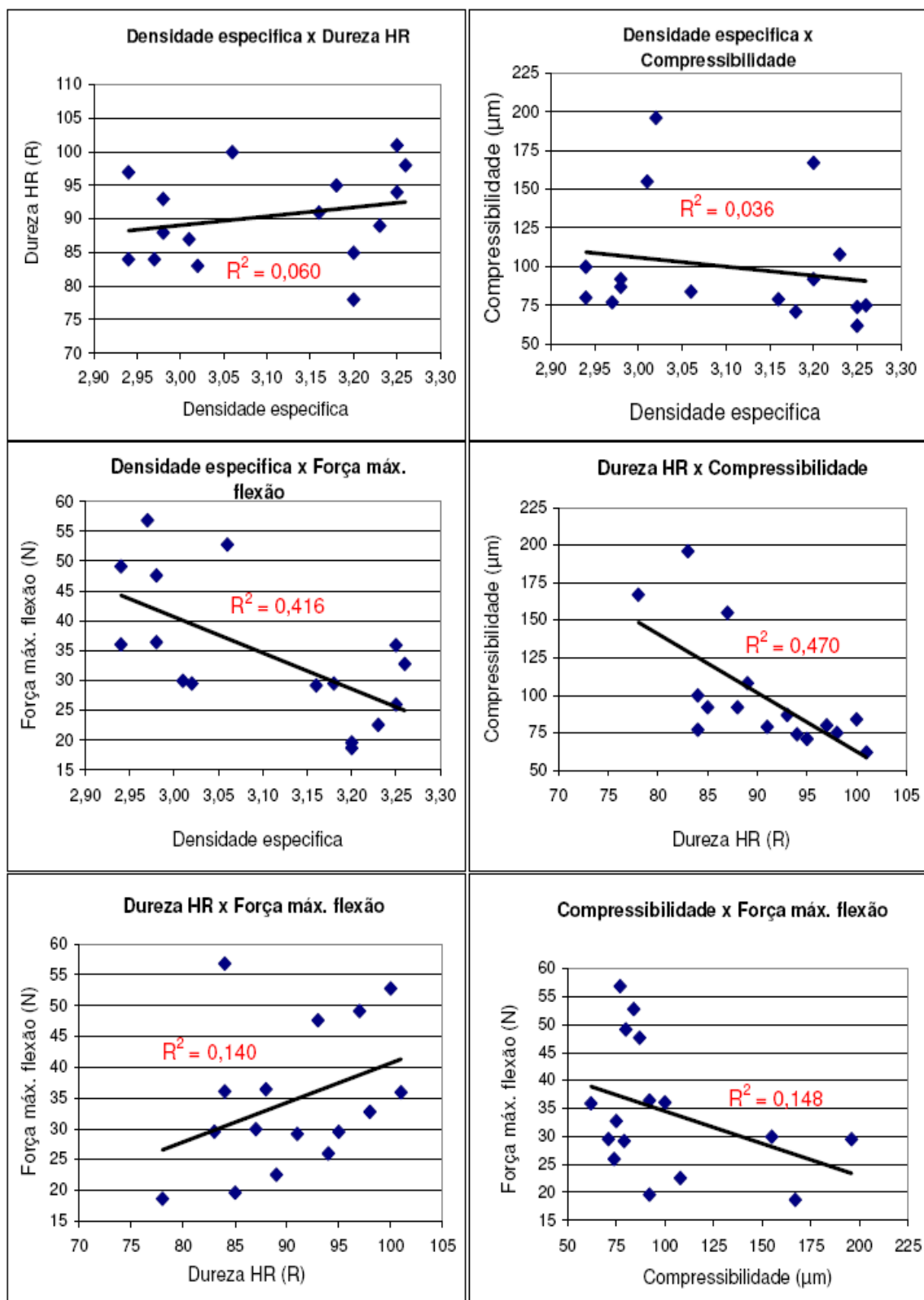
Análise termogravimétrica, TGA, e espectro infravermelho, FTIR, da resina fenólica 3.

ANEXO II



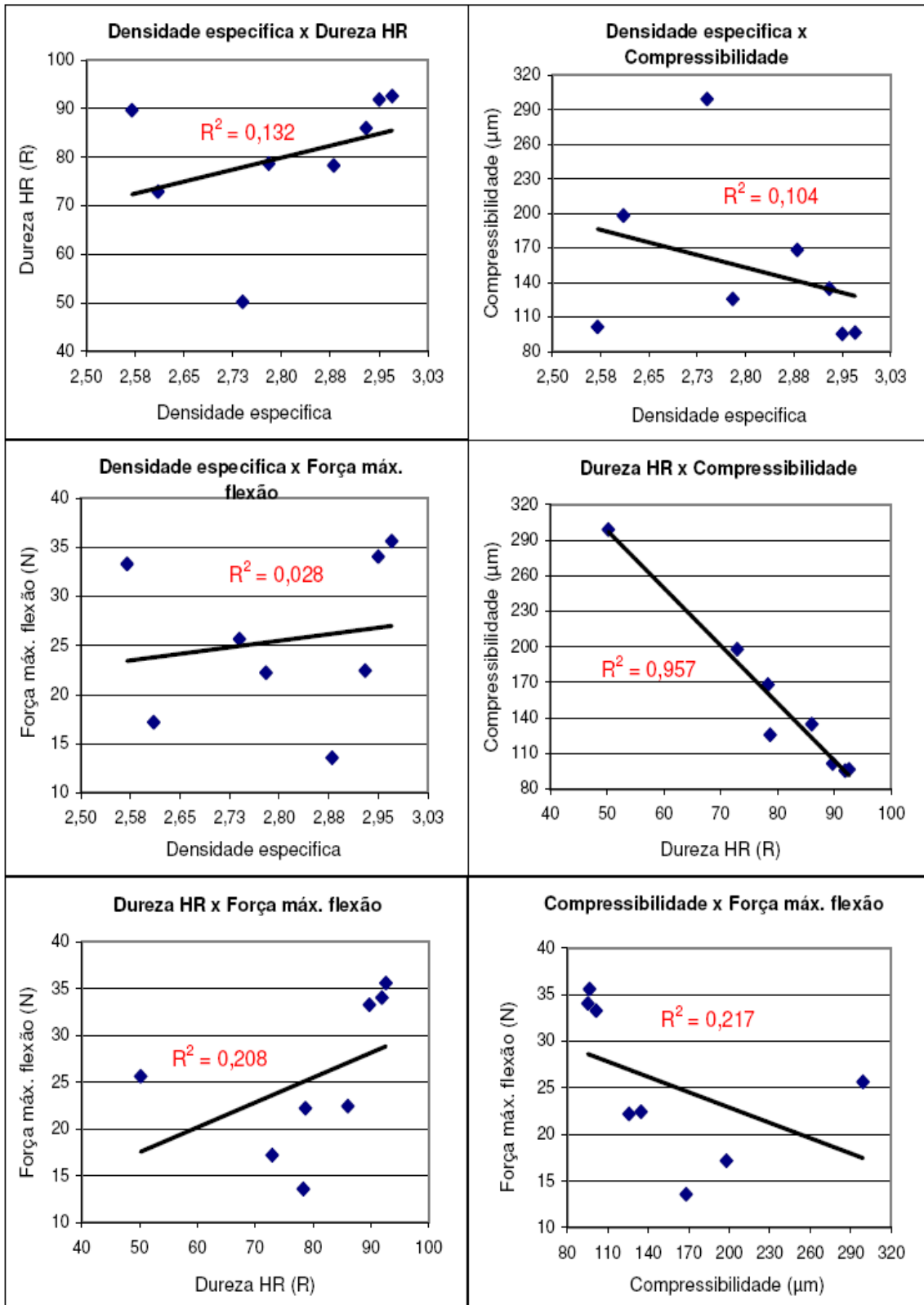
Gráficos de correlações entre respostas relativas ao DOE1.

ANEXO III



Gráficos de correlações entre respostas relativas ao DOE2.

ANEXO IV



Gráficos de correlações entre respostas relativas ao DOE3.

